

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

NOTIFICATION OF ELECTION

(PCT Rule 61.2)

From the INTERNATIONAL BUREAU

To:

Commissioner
 US Department of Commerce
 United States Patent and Trademark
 Office, PCT
 2011 South Clark Place Room
 CP2/5C24
 Arlington, VA 22202
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE

in its capacity as elected Office

Date of mailing (day/month/year) 29 May 2001 (29.05.01)	
International application No. PCT/EP00/09230	Applicant's or agent's file reference kou039wo
International filing date (day/month/year) 21 September 2000 (21.09.00)	Priority date (day/month/year) 22 September 1999 (22.09.99)
Applicant MÖLTGEN, Paul et al	

1. The designated Office is hereby notified of its election made:

☒ in the demand filed with the International Preliminary Examining Authority on:
 15 February 2001 (15.02.01)

☐ in a notice effecting later election filed with the International Bureau on:

2. The election ☒ was
☐ was not

made before the expiration of 19 months from the priority date or, where Rule 32 applies, within the time limit under Rule 32.2(b).

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland Facsimile No.: (41-22) 740.14.35	Authorized officer Athina Nickitas-Etienne Telephone No.: (41-22) 338.83.38
---	---

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
29. März 2001 (29.03.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/21547 A1(51) Internationale Patentklassifikation: C04B 35/117,
35/624, C09K 3/14WILHELM, Pirmin [DE/DE]; Fridolin-Lauber-Str. 18,
79725 Laufenburg-Binzgen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/09230

(74) Anwalt: NEUNERT, Peter; Westphal, Mussnug & Part-
ner, Waldstr. 33, 78048 VS-Villingen (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:

21. September 2000 (21.09.2000)

(81) Bestimmungsstaaten (national): CA, JP, US.

(25) Einreichungssprache:

Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (regional): europäisches Patent (AT,
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, SE).

(26) Veröffentlichungssprache:

Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:

199 45 335.7 22. September 1999 (22.09.1999) DE

Veröffentlicht:

— Mit internationalem Recherchenbericht.

— Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen
eintreffen.(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): TREIBACHER SCHLEIFMITTEL GMBH
[DE/DE]; Ferroweg 1, 79725 Laufenburg (DE).Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): MÖLTGEN, Paul
[DE/DE]; Steigmattstrasse 2, 79725 Laufenburg (DE).

WO 01/21547 A1

(54) Title: $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ NANOCOMPOSITE ABRASIVE GRAINS, METHOD FOR PRODUCING THEM AND THEIR USE(54) Bezeichnung: $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -NANOKOMPOSIT-SCHLEIFKÖRNER, VERFAHREN ZU IHRER HERSTELLUNG SOWIE
IHRE VERWENDUNG(57) Abstract: The invention relates to a method for producing $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ nanocomposite abrasive grains. SiC nanoparticles are
added to a sol containing aluminium oxide and said sol is then gelatinized, dried, calcinated and sintered. The invention also relates
to $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ nanocomposite abrasive grains.(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkörnern, wobei ein aluminiumoxidhalti-
ges Sol mit SiC-Nanopartikeln versetzt, anschließend geliert, getrocknet, kalziniert und gesintert wird sowie $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokom-
posit-Schleifkorn.

10/088849

JC10 Rec'd PCT/PTO 21 MAR 2002

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

[original in English]

10/088849
JC10 Rec'd PCT/PTO 21 MAR 2002

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

[continuation of preceding page]

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
29. März 2001 (29.03.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/21547 A1

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C04B 35/117,
35/624, C09K 3/14

WILHELM, Pirmin [DE/DE]; Fridolin-Lauber-Str. 18,
79725 Laufenburg-Binzgen (DE).

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP00/09230

(74) Anwalt: NEUNERT, Peter; Westphal, Mussgnug & Part-
ner, Waldstr. 33, 78048 VS-Villingen (DE).

(22) Internationales Anmeldedatum:
21. September 2000 (21.09.2000)

(81) Bestimmungsstaaten (*national*): CA, JP, US.

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(84) Bestimmungsstaaten (*regional*): europäisches Patent (AT,
BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, SE).

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
199 45 335.7 22. September 1999 (22.09.1999) DE

Veröffentlicht:

- Mit internationalem Recherchenbericht.
- Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden
Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen
eintreffen.

(71) Anmelder (*für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US*): TREIBACHER SCHLEIFMITTEL GMBH
[DE/DE]; Ferroweg 1, 79725 Laufenburg (DE).

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen
Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on
Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe
der PCT-Gazette verwiesen.

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (*nur für US*): MÖLTGEN, Paul
[DE/DE]; Steigmattstrasse 2, 79725 Laufenburg (DE).

WO 01/21547 A1

(54) Title: Al₂O₃/SiC NANOCOMPOSITE ABRASIVE GRAINS, METHOD FOR PRODUCING THEM AND THEIR USE

(54) Bezeichnung: Al₂O₃/SiC-NANOKOMPOSIT-SCHLEIFKÖRNER, VERFAHREN ZU IHRER HERSTELLUNG SOWIE
IHRE VERWENDUNG

(57) Abstract: The invention relates to a method for producing Al₂O₃/SiC nanocomposite abrasive grains. SiC nanoparticles are
added to a sol containing aluminium oxide and said sol is then gelatinized, dried, calcinated and sintered. The invention also relates
to Al₂O₃/SiC nanocomposite abrasive grains.

(57) Zusammenfassung: Verfahren zur Herstellung von Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkörnern, wobei ein aluminiumoxidhalti-
ges Sol mit SiC-Nanopartikeln versetzt, anschließend geliert, getrocknet, kalziniert und gesintert wird sowie Al₂O₃/SiC-Nanokom-
posit-Schleifkorn.

Beschreibung

5 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkörner, Verfahren zu
ihrer Herstellung sowie ihre Verwendung

Die vorliegende Erfindung betrifft gesinterte
 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkörner nach dem Ober-
10 begriff des Anspruchs 11, ein Verfahren zu ihrer
Herstellung nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1
sowie ihre Verwendung als Schleifmittel.

Schleifkörner auf Al_2O_3 -Basis werden aufgrund ihrer
15 hohen Härte, chemischen Inertheit und hohen Tempe-
raturbeständigkeit industriell in großen Mengen zu
Schleifmitteln verarbeitet. Neben dem Schmelzkor-
und, der relativ kostengünstig im elektrischen
Lichtbogenofen hergestellt werden kann, werden in
20 der neueren Zeit für bestimmte Einsatzgebiete ver-
stärkt Sinterkorunde eingesetzt, die über einen ke-
ramischen bzw. chemischen Weg gewonnen werden. Der
schleiftechnische Vorteil der Sinterkorunde ist be-
dingt durch ihren mikrokristallinen Aufbau, der
25 wiederum zu einem besonderen Verschleißmechanismus
des Schleifkorns beim Schleifprozeß führt. Vor al-
lem bei Anwendungen, die hohe Anpreßdrücke erfor-
dern, wie z. B. die Bearbeitung von Spezialstählen,
gehärteten Stählen oder schwer zerspanbaren Legie-
30 rungen, können die Abtragsleistungen mit dem Ein-
satz von Sinterkorunden deutlich gesteigert werden.

2

Das mikrokristallin aufgebaute Sinterkorund-Korn ist für diese Anwendungen wesentlich verschleißfester als der makrokristallin aufgebaute Schmelzkorund. Hinzu kommt, dass beim Schleifen mit mikrokristallinen Korunden kleinere Bereiche aus dem Korn herausbrechen, wodurch neue Schneidkanten gebildet werden, die wiederum in den Schleifprozeß eingreifen. Eine solche Selbstschärfung des Korns findet bei den makrokristallinen Schmelzkorunden nicht statt, da hier die Risse, die beim Schleifprozeß durch die mechanische Beanspruchung des Korns entstehen, nicht mehr abgelenkt werden können, sondern sich entlang der Kristallebenen durch das gesamte Korn fortsetzen und damit zu einer Zerstörung des Schleifkornes führen.

Beim Einsatz von mikrokristallinen Sinterschleifkörnern ist bei vielen Anwendungen der Trend festzustellen, daß sich das Schleifkorn bei vergleichbarer Härte und Dichte umso günstiger im Schleifprozeß verhält, je feiner das Gefüge ausgebildet ist. Besonders feine Gefüge können über Sol-Gel-Verfahren erhalten werden, bei dem z.B. als Ausgangsstoff feinstdisperses Aluminiumoxidmonohydrat vom Typ Boehmit eingesetzt wird, das - nachdem es kolloidal gelöst wurde - zum Gel verarbeitet wird, welches dann über einen Trocknungs-, Kalzinations- und Sinterschritt zu einem kompakten und dichten α - Al_2O_3 -Sinterkörper weiterverarbeitet wird. Anschließend erfolgt die Aufbereitung zum Schleifkorn. Der Vorteil des Sol-Gel-Verfahrens zur Herstellung von mikrokristallin aufgebauten Korunden besteht darin, daß sehr feinteilige und reaktive Ausgangsstoffe eingesetzt und die entstehenden Grünkörper bei relativ tiefen Sintertemperaturen

verdichtet werden können,³ was die Ausbildung eines feinen Gefüges begünstigt.

5 In der EP-B-0 152 768 werden mikrokristalline Korunde beschrieben, die über die Sol-Gel-Technik unter Zusatz von arteigenen Kristallisationskeimen bei Sintertemperaturen von ca. 1400 °C hergestellt werden und deren Primärkristallite einen Durchmesser von überwiegend bzw. vollständig kleiner 1 µm
10 aufweisen.

Aufgrund der tiefen Sintertemperaturen und durch den Zusatz von Kristallisationskeimen kann das Kristallwachstum während des Sinterprozesses stark
15 eingeschränkt werden. Noch feinere Gefüge bei gleichzeitig hoher Dichte und Härte werden in der EP-B-0 408 771 beschrieben. Nach der EP-B-0 408 771 werden Korundschleifkörner mit einer mittleren Kristallitgröße < 0,2 µm ebenfalls über die Sol-Gel-
20 Technik unter Zusatz von besonders feinteiligen Kristallisationskeimen und unter Einhaltung eines speziellen Temperatur- und Sinterprogramms gewonnen, bei dem der Temperaturbereich zwischen 900 und 1100 °C in weniger als 90 Sekunden durchlaufen, das
25 Material dann nur kurzzeitig auf eine Maximaltemperatur, die 1300 °C nicht überschreiten sollte, gebracht und anschließend unterhalb dieser Maximaltemperatur im Bereich zwischen 1000 und 1300 °C
30 dicht gesintert wird. Das Temperaturprogramm ist so gewählt, dass eine hohe Verdichtung ermöglicht wird, ohne dass der entstehende Sinterkörper bzw. dessen Vorstufe zu lange Temperaturen ausgesetzt ist, die ein Kristallwachstum begünstigen würden.

Will man ein möglichst feinkristallines Gefüge erhalten, so bietet sich neben dem Einsatz von Kristallisationskeimen auch die Verwendung von Sinteradditiven an, die das Kristallwachstum behindern oder den Sintervorgang beschleunigen, und damit indirekt die Ausbildung größerer Kristalle einschränken. Der Einfluß einzelner Additive für den Sinterprozeß und das Kristallwachstum beim Sintern von Al_2O_3 ist im „Journal of the American Ceramic Society Vol. 39, No. 10, 1956“ zusammengefaßt. Von den zahlreichen Patenten, die den Einsatz von Sinteradditiven oder auch Kombinationen von Sinteradditiven mit Kristallisationskeimen für die Herstellung von Schleifkörnern über den Sol-Gel-Weg beschreiben, werden im folgenden nur einige Beispiele genannt. Die EP-B-0 024 099 beschreibt den Zusatz von Spinellen bzw. Vorstoffen, die im Laufe des Herstellungsprozesses zu Spinellen umgewandelt werden. Die EP-B-0 200 487 beschreibt den Einsatz von $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ Kristallisationskeimen in Kombination mit mindestens einer modifizierenden Komponente aus der Gruppe der Oxide des Magnesiums, Zinks, Kobalts, Nickels, Zirkons, Hafniums, Chroms und/oder Titans. Die EP-B-0 373 765 beschreibt - ebenfalls in Kombination mit $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -Keimen - Yttrium- und Neodym-Verbindungen neben den oben genannten Oxiden als weitere modifizierende Komponenten. Die nach den o.g. Verfahren hergestellten Schleifkörner haben für bestimmte Anwendungen Vorteile gegenüber dem Stand der Technik.

Die Vielfalt der unterschiedlichen Al_2O_3 -Sinterschleifkörner erklärt sich auch daraus, dass das Schleifen selbst ein äußerst vielfältiger Prozeß ist, bei dem sowohl der Werkstoff, der bearbei-

5

tet wird, als auch die Bearbeitungsbedingungen (An-
preßdruck, Kühlung o.a.) weitgehend variiert wer-
den können. So werden die verschiedensten Werkstof-
fe (unterschiedliche Stahlsorten, Legierungen und
5 Metalle, Kunststoffe, Holz, Gestein, Keramik
u.v.a.m.) je nach Zielsetzung (Oberflächengüte, Ma-
terialabtrag o.a.) unter den unterschiedlichsten
Bedingungen bearbeitet. Entsprechend unterschied-
lich sind die Anforderungen, die an das einzuset-
10 zende Schleifkorn gestellt werden, so dass Brauch-
barkeit und Leistungsfähigkeit eines Schleifkorns
für einen bestimmten Schleifprozeß nicht allein
durch Größen wie Härte, Dichte und Kristallitgefüge
charakterisiert werden können. Weitere Kriterien,
15 wie chemische Inertheit, Wärmeleitfähigkeit, Oxi-
dations- und Temperatur-beständigkeit, Zähigkeit
u.a., spielen je nach Anwendung ebenfalls eine gro-
ße Rolle.

20 Weitere Variable beim Schleifprozeß sind die Bin-
dung und die Spezifikation des Schleifmittels, das
darüber hinaus durch die Zugabe von Zusatzstoffen
(Schleifhilfsmittel, Porenbildner u.a.) weiter va-
riiert werden kann.

25

So wurde auch bei den Schleifkörnern, die über den
Sol-Gel-Weg hergestellt werden, in der Vergangen-
heit versucht, die Leistungsfähigkeit nicht nur
über die Feinheit des Kristallitgefüges zu stei-
30 gern, sondern auch über Dotierungen spezielle gün-
stige Eigenschaften für bestimmte Anwendungen zu
erhalten. Die EP-A-0 228 856 beschreibt den Zusatz
von Yttrium, das - z. B. in Form eines Yttrium-
Salzes mit einem leicht flüchtigen Anion (Nitrat,

Acetat, u.a.) - im Sol-Gel-Prozess der α -
Aluminiummonohydrat-Dispersion zugegeben wird und
beim Sintern mit dem Aluminiumoxid zum Yttrium-
Aluminium-Granat ($3Y_2O_3-5Al_2O_3$) reagiert. Besondere
Vorteile hat dieses Material bei der Bearbeitung
von Rostfrei Stahl, Titan, Nickel-Legierungen,
Aluminium und anderen schwer zerspanbaren Legierungen,
aber auch bei einfachem Baustahl. Offensichtlich
verleihen die Einlagerungen von Granat-
Kristallen dem Schleifkorn für diese Anwendungen
eine besondere Verschleißfestigkeit, die sich dann
in einer hohen Abtragsleistung widerspiegelt. Zusätzlich
zum Y_2O_3 bzw. seinen Vorstoffen wird die
Zugabe von Kristallisationskeimen und/oder anderen
Sinteradditiven beschrieben. In der EP-B-0 293 164
werden darüber hinaus der Zusatz von Seltenen Erden
aus der Gruppe Präseodym, Samarium, Ytterbium, Neodym,
Lanthan, Gadolinium, Cer, Dysprosium, Erbium
und/oder Kombinationen von mehreren aus dieser
Gruppe beschrieben. Die Seltenen Erden bilden dabei
mit Al_2O_3 hexagonale Aluminate, die als Einlagerungen
in der Al_2O_3 -Matrix offensichtlich die Verschleißfestigkeit
des Schleifkorns zusätzlich erhöhen. Die EP-B-0 368 837
beschreibt Schleifkörner, deren Zähigkeit durch die
Ausbildung von whiskerähnlichen Kristallen, die durch
die Zugabe von Cer-Verbindungen erhalten werden, erhöht
wird. Auch hier wird die erhöhte Zähigkeit durch eine
Verstärkung der Struktur erreicht. Ebenfalls über das
Sol-Gel-Verfahren werden Komposite erhalten, die in der
DE -A-196 07 709 beschrieben sind und sich von den
vorgenannten Verbindungen dadurch unterscheiden,
dass neben der Al_2O_3 -Matrix mindestens zwei zusätzliche
diskontinuierliche Gefügebestandteile vorliegen, die sich
voneinander in der mittleren Partikelgröße um wenigstens
den Faktor 10 unterscheiden. In der EP-B-0 4 91 184 werden
Komposite auf Basis

von Al_2O_3 beschrieben, die Einlagerungen von isometrischen Hartstoffen aufweisen, die mindestens um den Faktor 10 größer sind als die Primärkristalle aus der die Matrix aufgebaut ist.

5

Alle vorgenannten Verfahren und Stoffe basieren auf der Sol-Gel-Technologie, mit der es - bei gleichzeitigem Einsatz von Sinteradditiven - gelingt, ein sehr feines, bevorzugt submikrones, Kristallitgefüge zu verwirklichen. Hinzu kommt, dass die Schleifkörner häufig durch zusätzliche Dotierungen für bestimmte Einsatzgebiete maßgeschneidert und optimiert werden.

15

Allgemein lassen sich die Schleifmittel bzw. Schleifkörner vereinfacht in zwei große Gruppen einteilen. Korund gehört neben SiC zu den sogenannten konventionellen Schleifmitteln, die schon relativ lange bekannt sind und kostengünstig in großen Mengen hergestellt und eingesetzt werden. Daneben findet man in der neueren Zeit immer häufiger die sogenannten Superabrasives, wie Diamant und kubisches Bornitrid, deren Herstellungskosten zwar beim eintausend- bis zehntausendfachen im Vergleich zu den Herstellungskosten für konventionelle Schleifkörner liegen, die aber aufgrund ihrer Leistungsstärke, der damit verbundenen reduzierten Maschinenstillstandszeiten und des geringen Verbrauchs an Schleifmittel selber bzw. der Erhöhung der Stückzahlen pro Zeiteinheit und Schleifkörper für viele Schleifoperationen ein äußerst günstiges Preis/Leistungs-Verhältnis bieten.

25
30

Der Einsatz von Superabrasives erfordert allerdings auch spezielle maschinelle Ausrüstungen, was ent-

8
sprechende Investitionen voraussetzt, wodurch die Anwendungsbreite der Hochleistungsschleifmittel noch eingeschränkt wird.

5 Eine der Hauptzielsetzungen bei der Entwicklung neuer Schleifkörner ist es daher, ein Schleifkorn zu erhalten, das auf konventionellen Maschinen eingesetzt werden kann, aber im Leistungsniveau zwischen den konventionellen Schleifmitteln und den
10 Superabrasives liegt. Dies ist teilweise mit den oben genannten Sol-Gel-Korunden gelungen, die bei vielen Schleifoperationen zu einem sehr günstigen Preis/Leistungs-Verhältnis eingesetzt werden können. Allerdings sind die Sol-Gel-Korunde nicht nur
15 aufgrund der Herstellkosten, sondern auch im Leistungsvermögen eindeutig näher bei den konventionellen Schleifkornsorten einzuordnen und sind daher eher geeignet, die konventionellen Korundsorten bei Schleifoperationen, die den Einsatz von Superabrasives nicht rechtfertigen, zu ersetzen.
20

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, Schleifkörner mit - im Vergleich zum oben genannten Stand der Technik - noch besserem Leistungspotential sowie ein Verfahren zu deren Herstellung zur
25 Verfügung zu stellen. Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß gelöst durch die Merkmale des Anspruchs 11 bzw. des Anspruchs 1. Die Unteransprüche betreffen vorteilhafte Ausgestaltungen der Erfindung. Anspruch 20 betrifft eine zweckmäßige Verwendung der
30 erfindungsgemäßen Schleifkörner.

Unter dem Begriff Nanokomposit, der in der Keramik vor ca. 10 Jahren Eingang gefunden hat, versteht man Systeme, die aus mindestens zwei verschiedenen

festen Phasen bestehen, von denen mindestens eine Phase Teilchengrößen im Nanometer-Bereich aufweist.

Al₂O₃/SiC-Komposite, bei denen SiC-Partikel zur
5 Verstärkung in eine Al₂O₃-Matrix eingebaut werden,
sind in der EP-B-0 311 289 beschrieben und z.B. als
Strukturkeramik für den Einsatz im Motoren- oder
Turbinenbau vorgesehen. Dabei sollte der Durchmes-
10 ser der SiC-Teilchen, deren Anteil im Komposit zw-
ischen 2 und 10 Mol-% ausmacht, unter 0,5 µm liegen,
während die Al₂O₃-Partikel 5 µm nicht überschreiten
sollten. Diese Materialien, bei denen die SiC-
Partikel in den Al₂O₃-Partikeln dispergiert sind,
zeichnen sich durch eine außerordentlich hohe Bie-
15 gebruchfestigkeit und Zähigkeit aus und können auf-
grund ihrer guten Hochtemperatureigenschaften als
Strukturkeramik im Motorenbau eingesetzt werden.

Ähnliche Al₂O₃/SiC-Nanokomposite, die sich durch
20 ihre guten Hochtemperatureigenschaften und ihre
Oxidationsbeständigkeit von den bekannten whisker-,
faser- oder platelet-verstärkten Kompositmateriali-
en abheben, werden von Niihara im Journal of the
Ceramic Society of Japan 99 [10] 974 - 982 (1991)
25 beschrieben. Der Einfluß von feinteiligen SiC-
Partikeln auf das Kornwachstum und das Sinterver-
halten der Al₂O₃-Matrix wird von Stearns, Zhao und
Harmer im Journal of the European Ceramic Society
10 (1992) 473 - 477 beschrieben. Die mechanischen
30 Eigenschaften von Al₂O₃/SiC-Nanokompositen werden
von Zhao, Stearns, Harmer, Chan, Miller und Cook im
Journal of the American Ceramic Society 76 [2] 503 -
510 1993) untersucht. Nanokomposite, die über den
Sol-Gel-Weg hergestellt werden, beschreiben die Au-

40

toren Xu, Nakahira und Niihara im Journal of the Ceramic Society of Japan, 1994, 102, 312 - 315.

5 Während die oben zitierten Literaturstellen sich
meist auf Komposite mit SiC-Anteilen > 2 Mol-% be-
ziehen, werden die mechanischen Eigenschaften von
heißgepressten Al₂O₃/SiC-Kompositen mit geringen
Anteilen an SiC in einem Artikel der Autoren Wil-
helm und Wruss in der cfi/Ber. DGK 75, 40 - 44
10 (1998) aufgeführt. Neben den oben zitierten Litera-
turstellen sind Al₂O₃/SiC-Nanokomposite in zahlrei-
chen weiteren Veröffentlichungen beschrieben, die
weitgehend in einer Übersicht von Sternizke im
Journal of the European Ceramic Society 17 (1997)
15 1061 - 1082 zusammengefaßt sind. In dem Artikel
wird auch die Vermutung geäußert, dass Al₂O₃/SiC-
Nanokomposite als Schleifkörner die Lücke zwischen
den konventionellen Schleifmitteln und den Superab-
rasives schließen könnten. Im Gegensatz zu dieser
20 Mutmaßung beziehen sich jedoch fast alle in dem Ar-
tikel erwähnten Veröffentlichungen und die daraus
zitierten Stoffeigenschaften ausdrücklich auf den
Einsatz als Strukturkeramik. So werden die Mi-
krostrukturen, thermodynamische Stabilität, Dichte,
25 Härte, Bruchfestigkeit, Bruchzähigkeit, das Ver-
schleißverhalten und die Kriechgeschwindigkeit er-
wähnt. Alle diese Größen spielen sicherlich auch
für den Schleifprozeß eine wichtige Rolle, ohne je-
doch alleine für sich eine gültige Aussage über die
30 Brauchbarkeit eines Stoffes als Schleifkorn zu er-
lauben. So ist z. B. eine hohe Härte sicherlich ei-
ne Grundvoraussetzung für die Verwendung eines
Stoffes als Schleifkorn. Wie jedoch das in Fach-
kreisen häufig zitierte Beispiel B₄C zeigt, das als
35 Schleifkorn trotz seiner hohen Härte, wegen seiner

mangelhaften chemischen und thermischen Beständigkeit und seiner hohen Sprödigkeit nie eine nennenswerte Anwendung als Schleifmittel gefunden hat, muß eine Summe von Eigenschaften betrachtet werden, um die Eignung als Schleifmittel zu erkennen. Weitere Hartstoffe, die im Härtewert zwischen den konventionellen Schleifmitteln und den Superabrasives rangieren, haben sich als Schleifkorn ebenfalls nicht durchsetzen können, weil ihnen zusätzliche Eigenschaften wie Zähigkeit, thermische und chemische Stabilität oder andere für den Schleifprozeß wichtige Voraussetzungen fehlen. So konnten auch die in der Literatur beschriebenen Nanokompositmaterialien, die zwar bestimmte, für den Schleifprozeß erforderliche Eigenschaften aufweisen, als Schleifkorn bisher nicht erfolgreich eingesetzt werden. Sie verhalten sich vielmehr ähnlich wie die Schneidkeramiken auf Al_2O_3 -Basis, die z.B. zum Fräsen oder Drehen mit großem Erfolg eingesetzt werden, aber - zur Körnung verarbeitet - beim Schleifen nur eine unbefriedigende Abtragsleistung zeigen, die auf dem Niveau der konventionellen Schmelzkorunde oder sogar darunter liegt.

Es stellt sich nun in der Praxis als äußerst schwierig heraus, die Einsetzbarkeit bzw. das zu erwartende Schleifverhalten eines Schleifkorns allein aufgrund bestimmter Stoffeigenschaften, von denen man weiß, dass sie sich - jeweils für sich betrachtet - günstig auf das Schleifverhalten auswirken, zu charakterisieren. Theorien zu den Mechanismen, die beim Materialabtrag durch ein Schleifwerkzeug tatsächlich ablaufen, konnten bisher nur nach dem Prozeß selber anhand des bearbeiteten Werkstückes und aufgrund der Veränderungen am Schleifwerkzeug entwickelt werden. Einfluß auf das

41

Schleifverhalten hat neben sämtlichen Stoffeigenschaften des Schleifkorns natürlich die Beschaffenheit des Schleifwerkzeugs (Bindung, Porosität, Zusatzstoffe u.a.) und das Werkstück selber, so dass es oftmals selbst im nachhinein schwierig ist, bestimmte Schleifresultate mit bestimmten Stoffeigenschaften des Schleifkorns in Korrelation zu setzen. Eine endgültige Aussage erhält man erst durch anwendungstechnische Tests von Schleifmitteln oder sogar erst durch Praxis- und Feldtests, die mit erheblichem finanziellen und zeitlichem Aufwand verbunden sind.

Es ist daher erstrebenswert, eine unabhängige Meßmethode und -größe zu finden, die eine direkte Aussage über die Brauchbarkeit eines Stoffes als Schleifkorn zuläßt. In der Praxis hat sich in den letzten Jahren immer mehr der sogenannte Einzelkorntest (Abb. 1: Einzelkornritzttest) durchgesetzt, bei dem ein einzelnes Schleifkorn unter möglichst realistischen, dem Schleifprozeß nachempfundenen, Bedingungen untersucht wird. Die Testeinrichtung ist eine umgerüstete Flachsleifmaschine, bei der auf der Schleifspindel anstelle der Schleifscheibe eine Ritzscheibe montiert ist. Die Ritzscheibe, die aus praktischen Gründen aus einem relativ leichten und leicht zu bearbeitenden Werkstoff (z.B. Aluminium) gefertigt ist, besitzt auf dem Umfang eine Halterung, in die ein Träger mit einem aufgelöteten Schleifkorn eingesetzt wird. Beim Ritzten selber fährt der Maschinentisch mit dem darauf aufgespannten Werkstück in x-Richtung gegen die Drehrichtung unter der rotierenden Ritzscheibe hindurch. Aufgrund einer vorgegebenen Zustellung in y-Richtung generiert das Schleifkorn, das über den Umfang der Scheibe herausragt, mit jeder Umdrehung

43

eine Ritzspur im Werkstück. Mit zunehmender Ritzlänge bzw. Ritzzeit verringert sich wegen des Kornverschleißes die Ritztiefe und der Ritzquerschnitt, bis die Kornspitze um den Zustellungsbetrag in y-Richtung verschlissen ist und keine Spur mehr hinterläßt. Die Ritzspuren können mit einem Oberflächenmeßgerät abgetastet und anschließend ausgewertet werden. Das Meßprinzip ist in den Abbildungen 1 und 2 wiedergegeben und wird im folgenden anhand der Bezugswahlen erläutert.

Die Abbildung 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau des Prüfstandes mit der Ritzscheibe (1) und dem Ritzkorn (2), den verfahrbaren Achsen (3, 4, 5) in x-, y- und z-Richtung, dem Werkstück (6), dem Maschinentisch (7) und dem Schleifspindelstock (8). Zur Messung selber müssen Standardbedingungen für die Schnittgeschwindigkeit v_c , die Werkstückgeschwindigkeit v_w und die Zustellung a_e , die nach Möglichkeit der Schleifoperation angepaßt sind, für die man das Schleifkorn später einsetzen will, definiert werden. Zusätzlich müssen Werkstückstoff und der Einsatz von Kühlschmierstoff (9) festgelegt werden.

Das Auswertungsprinzip ist anhand der beispielhaft aufgeführten Kurven für verschiedenen Schleifkornsorten (Abb. 2) zu erkennen, bei dem die Änderung des Ritzquerschnittes A_{Rn}/A_{R0} gegen die Ritzlänge l_R aufgetragen ist. Dabei ist A_{R0} der Ritzquerschnitt beim ersten Eingriff und A_{Rn} der Ritzquerschnitt nach n mm Ritzlänge.

Der Leistungsfaktor LF_{25}^{46} für das Einzelkorn ergibt sich aus dem Schnittpunkt der charakteristischen Kurve für die einzelne Kornsorte mit der Ordinate nach 25 mm Ritzlänge und entspricht der Änderung des Ritzquerschnittes A_{R0}/A_{R25} . Ausgedrückt wird der Leistungsfaktor in %, bezogen auf den theoretischen Fall, dass kein Verschleiß des Kornes stattfindet und $A_{R25} = A_{R0}$ ist. Die Auswertung nach 25 mm Ritzlänge wurde deshalb gewählt, weil bei dem typischen Kurvenverlauf der entscheidende erste, steile Bereich der Kurve, bei dem das Korn am stärksten belastet wird, abgeschlossen ist. Dieser Bereich, der auch in Bezug auf die Zustellung a_e dem tatsächlichen Schleifprozeß relativ nahekommt, erlaubt eine sehr gute Aussage über die Leistungsfähigkeit eines Schleifkorns. Im weiteren Verlauf flachen die Kurven ab, da die Körner aufgrund der sich verringern- den Zustellung nun weniger stark beansprucht werden und auch weniger schnell verschleifen. Um ein repräsentatives Ergebnis für eine Schleifkörnung zu erhalten, sollten mindestens 20 Körner einer Kornsorte vermessen und die Verschleißkurve aus den Mittelwerten der einzelnen Meßpunkte gebildet werden.

Der Einkornritztest erlaubt somit - in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen in der Praxis - eine Bewertung der Tauglichkeit eines Schleifkorns, bei der sämtliche für den Schleifprozeß relevanten Größen wie Härte, Zähigkeit, Dichte, Festigkeit, Kriechgeschwindigkeit, thermische und chemische Beständigkeit, Kristallitgefüge u.a. indirekt in Summe einfließen, ohne dass dabei bestimmte Eigenschaften bzw. bestimmte Eigenschaftskombinationen explizit bekannt sein oder erkannt und entsprechend berücksichtigt werden müssen. Für alle Eigenschaf-

45

ten müssen allerdings gewisse Mindestvoraussetzungen erfüllt werden, damit ein Stoff überhaupt als Schleifkorn in Betracht kommt. So würde sich z.B. ein Material, das in seiner Härte deutlich unter der üblichen Härte für Schleifmitteln liegt, nie zum Schleifen eignen, selbst wenn sämtliche anderen Eigenschaften hervorragend wären.

Überraschenderweise wurden für $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposite mit SiC-Anteilen unter 5 Mol-%, die über einen direkten Sol-Gel-Weg unter Zusatz von Kristallisationskeimen hergestellt wurden, nach der oben beschriebenen Methode Leistungsfaktoren gefunden, die deutlich über den bisher bei $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokompositen gefundenen Leistungsfaktoren liegen. Die Leistungswerte der erfindungsgemäßen Nanokomposite liegen auch über den Werten der bekannten reinen oder dotierten Sol-Gel-Korunde und damit im angestrebten Bereich zwischen den konventionellen Schleifkörnern und den Superabrasives.

Im Gegensatz zu den bekannten $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposits, die über die Pulvertechnologie durch Vermischen der Ausgangssubstanzen, anschließendes Verdichten (z.B. durch Heißpressen, druckloses Sintern oder heiß isostatisches Pressen) und Sintern hergestellt werden, verläuft die Herstellung der erfindungsgemäßen Schleifkörner naßchemisch über einen direkten Sol-Gel-Weg unter Einsatz von Kristallisationskeimen. Xu, Nakahira und Niihara beschreiben in ihrem Artikel im Journal of the Ceramic Society of Japan, 1994, 102, 312 - 315 den Einsatz der Sol-Gel-Technologie bei der Herstellung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposits. Sie nutzen die Techno-

logie jedoch nur, um eine ⁴⁶ möglichst homogene Mischung der Nanopulver über eine vorgeschaltete kolloidale Lösung der Teilchen zu erreichen. Anschließend wird das Sol durch Trocknung und Kalzination zu einer homogenen Mischung aus ultrafeinen Al_2O_3 - und SiC-Pulvern weiterverarbeitet, die dann - in Analogie zur konventionellen Pulvertechnologie - unter Stickstoff bei einem Druck von 30 MPa und einer Temperatur von 1600 °C heißgepresst werden.

Durch die Isolierung des Pulvers als Zwischenprodukt und anschließende konventionelle pulvertechnische Weiterverarbeitung gehen bestimmte, für die Herstellung eines Schleifkorns wichtige, Vorteile des Sol-Gel-Verfahrens verloren. Die schleiftechnischen Eigenschaften eines über das o.g. Verfahren hergestellten Komposits entsprechen daher denen der vorher erwähnten Nanokomposits. Hinzu kommen ökonomische Aspekte, da eine kostengünstige großtechnische Massenproduktion von Schleifkörnern über ein Heißpressverfahren nicht zu realisieren ist.

Beim erfindungsgemäßen direkten Sol-Gel-Verfahren zur Herstellung von Al_2O_3 /SiC-Nanokomposits dagegen wird zunächst auf die übliche Weise ein Al_2O_3 -Sol hergestellt. Als Feststoffkomponente für das aluminiumoxidhaltige Sol kommen dabei vorteilhaft feinstdisperses Aluminiumoxidmonohydrat vom Boehmit-Typ, Aluminiumalkoxide, Aluminiumhalogenide und/oder Aluminiumnitrat in Frage, die mit Hilfe eines Dispergators, eines starken Rührers oder unter Einsatz von Ultraschall dispergiert werden. Der Feststoffgehalt der Suspension liegt vorzugsweise zwischen 5 und 60 Gew.-%. Zu dieser Suspension wird

13
dann, ebenfalls vorzugsweise in Form einer Suspension, um eine möglichst homogene Verteilung zu erreichen, zwischen 0,1 und < 5 Mol-%, bevorzugt im Bereich 0,3 und 2,5 Mol-%, bezogen auf den Aluminiumgehalt der Mischung, gerechnet als Al_2O_3 ,
5 nanoskaliges SiC zugegeben. Es ist natürlich auch möglich, SiC als Feststoff in die vorgegebene Suspension einzurühren. Wie die Beispiele in Tabelle 3 zeigen, werden besonders gute Ergebnisse mit vergleichsweise geringen Mengen an SiC erzielt. Als
10 SiC-Basis kommen feinstvermahlenes SiC-Pulver, das über den Acheson-Prozess gewonnen wurde, oder auch Nanopulver, die in der Gasphase durch thermische oder lasergestützte Gasphasenreaktionen oder verschiedene Plasmaverfahren hergestellt werden, in
15 Frage.

Um den späteren Sinterprozess günstig zu beeinflussen, können vorteilhaft vor dem Gelieren zusätzlich
20 Sinteradditive in Form von Kristallisationskeimen Kristallwachstumsinhibitoren und/oder anderen modifizierenden Komponenten zugesetzt werden. Dafür kommen insbesondere alle bekannten Sinteradditive für Al_2O_3 in Frage, z.B. die spinellbildenden Oxide
25 des Co, Mg, Ni, und Zn, die Oxide des Ce, Cu, B, Ba, Hf, K, Li, Nb, Si, Sr, Ti, Y, Zr oder der Seltenen Erden bzw. deren Vorläufer und die Oxide mit einer korundähnlichen Struktur wie Fe_2O_3 , Cr_2O_3 , Al_2O_3 o.a., die als Kristallisationskeime wirken.
30 Um bestimmte Eigenschaften des Schleifkorns zu erreichen, können natürlich auch Kombinationen daraus eingesetzt werden.

Bevorzugt wird das Al_2O_3 -Sol vor der SiC-Zugabe mit einer wässrigen Suspension von feinstvermahlenem α - Al_2O_3 versetzt. Die maximale Partikelgröße der α - Al_2O_3 -Teilchen, die als Kristallisationskeime dienen, liegt unter $1\text{ }\mu\text{m}$, vorzugsweise unter $0,2\text{ }\mu\text{m}$. Die Menge des einzusetzenden Keimmaterials hängt von der Partikelgröße ab und liegt zwischen 0,5 und 10 Gew.-%, bezogen auf den Gehalt an Al_2O_3 im Endprodukt. Da es neben der Feinheit auf die Anzahl der Keime ankommt, reichen bei sehr großer Feinheit schon geringe Gewichtsmengen an Keimen aus, um den Sinterprozeß zu fördern.

Die fertige Suspension wird anschließend zum Sieden erhitzt und vorteilhaft unter Säurezugabe geliert. Auch hier ist es wieder möglich, alternativ jede andere bekannte Art der Gelierung (Alterung, Elektrolytzugabe, Temperaturerhöhung, Einengen der Suspension o.a.) anzuwenden. Die Trocknung des Gels wird (nach dem Abkühlen) in einem Temperaturbereich zwischen $50\text{ }^\circ\text{C}$ und $120\text{ }^\circ\text{C}$ durchgeführt. Anschließend erfolgt in einem Temperaturbereich zwischen $500\text{ }^\circ\text{C}$ und $800\text{ }^\circ\text{C}$ eine Kalzination, um das restliche Wasser und die Säure zu verdampfen. Nach der Kalzination liegen die Komposite als Grünkörper mit Durchmessern bis zu mehreren Millimetern vor, die dann gesintert werden. Die Vorteile der direkten Verdichtung liegen in der besonders hohen Sinteraktivität der getrockneten und kalzinierten Grünkörper, in denen die Ausgangsstoffe bereits chemisch miteinander verbunden sind und somit die Verdichtung und Verfestigung zum fertigen Komposit wesentlich effektiver und günstiger verläuft.

Durch den zusätzlichen Einsatz von Sinteradditiven bzw. Kristallisationskeimen kann der Prozeß und damit die Produktqualität weiter verbessert werden. Die Sinterung des kalzinierten Gels erfolgt bevorzugt bei Temperaturen zwischen 1300 °C und 1600 °C, vorzugsweise unter Inertbedingungen (z.B. Stickstoffatmosphäre) und besonders vorteilhaft in einem gasdichten Drehrohrofen, um eine möglichst schnelle Aufheizung des Produktes und eine kurze Sinterzeit zu verwirklichen, was sich besonders günstig auf die Struktur und damit auf die Leistungsfähigkeit des Schleifkorns auswirkt. Alternativ kann jeder andere bekannte Ofentyp eingesetzt werden, der schnelle Aufheizraten und hohe Temperaturen zuläßt. Da die Sinterung sehr rasch erfolgt, ist selbst eine Verarbeitung unter Vakuum oder in oxidierender Atmosphäre möglich, da der größte Teil der SiC-Nanoteilchen in der Matrix eingelagert und somit vor einer Oxidation geschützt ist.

Die Zerkleinerung zur gewünschten Körnung kann vor oder nach der Sinterung mit den üblichen Zerkleinerungsaggregaten erfolgen. Vorteilhaft ist eine Aufbereitung des kalzinierten Gels im Grünzustand, da nach der Sinterung wesentlich mehr Energie zur Zerkleinerung des dann dichten und harten Kompositmaterials aufgewendet werden muß.

Bei der Sinterung wirkt das nanoskalige SiC als Kristallwachstumsinhibitor für die Al₂O₃-Matrix, verzögert aber gleichzeitig die Verdichtung des Grünkörpers, so dass vergleichsweise - zu einem Sol-Gel-Material auf reiner Aluminiumoxidbasis - hohe Sintertemperaturen eingesetzt werden müssen,

10
um eine genügende Verdichtung des Materials zu er-
reichen, wobei es dann zu einem nicht unerheblichen
Kristallwachstum kommen kann. So treten bereits bei
ca. 1400 °C verstärkt große Kristallite auf. Dieses
5 Phänomen wird schon im US-Patent 4,623,364 be-
schrieben. Dort führt man das unerwünschte Auftre-
ten von groben Kristallen in einer ansonsten feinen
Matrix auf Verunreinigungen zurück. Angestrebt wird
dort eine feinkristalline Matrix mit möglichst we-
10 nig groben Anteilen, wie sie auch in den eingangs
zitierten Patenten offenbart wird und dem Stand der
Technik entspricht.

15 Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass die
Schleifleistung des erfindungsgemäßen Nanokomposit-
Schleifkorns dann besonders hoch ist, wenn ein be-
stimmter Anteil an groben Kristallen mit Längen bis
zu 20 µm und einem mittleren Durchmesser > 2 µm,
bevorzugt > 5 µm, in der Matrix vorhanden ist. Die
20 Abtragsleistung liegt deutlich über den feinstruk-
turierten reinen Sol-Gel-Al₂O₃-Schleifkörnern, de-
ren mittlere Kristallitgröße üblicherweise 0,2 -
0,3 µm beträgt und bei dem sämtliche Kristalle im
Submikronbereich, bevorzugt im Bereich unter 0,4
25 µm, vorliegen. Dies ist um so überraschender, da in
Fachkreisen allgemein bekannt ist, dass sich die
Schleifleistung von Sinterkorunden mit feiner wer-
dender Struktur - besonders im d₅₀-Bereich unter
0,5 µm - drastisch erhöht.

30 Wie die Beispiele 1 - 6 und die Vergleichsbeispiele
7 - 11, die den Einfluß der Sinterbedingungen auf
die Struktur und die Leistungsstärke von Sinterkor-
unden beschreiben, zeigen, weist die Leistungskurve
der Al₂O₃/SiC-Nanokomposits einen nicht linearen

Verlauf mit einem Maximum bei einer Sintertemperatur zwischen 1400 °C - 1450 °C auf. In diesem Temperaturbereich treten bei einer Haltezeit von 30 Minuten die ersten grobkristallinen und stengeligen Kristalle in der Matrix auf. Die groben Al₂O₃-Kristalle weisen bevorzugt eine längliche Form auf mit einem Verhältnis Länge zu Breite zwischen 2:1 und 10:1, besonders bevorzugt zwischen 4:1 und 6:1. Typische Bilder der Matrix mit den grobkristallinen Einlagerungen sind als elektronenmikroskopische Aufnahmen in den Abbildungen 3 und 4 auf Seite 19 wiedergegeben. Unterhalb von 1400 °C tritt eine rein submikrone Struktur auf, wobei sämtliche Teilchen im Bereich < 1µm, bevorzugt < 0,5 µm vorliegen. Die Leistungsstärke dieser Materialien liegt ebenfalls über der von reinen Sol-Gel-Korunden nach dem Stand der Technik, aber überraschenderweise unter den im o.g. Temperaturbereich gewonnenen Stoffe mit grobkristallinen Einlagerungen. Bei noch höheren Sintertemperaturen, die ein verstärktes Auftreten von groben Kristallen mit sich bringen, fällt die Leistungskurve dann wieder ab.

Jedoch selbst bei Sintertemperaturen von 1500 °C mit hohen Anteilen an groben Kristallen werden noch Schleifleistungen erreicht, die auf dem Niveau der besten reinen Sol-Gel-Korunde liegen. Bei den reinen Sol-Gel-Korunden ist dagegen ein nahezu linearer Verlauf des Leistungspotentials mit der Feinheit der Struktur zu erkennen und erst im Submikronbereich bei einer mittleren Kristallitgröße d₅₀ < 0,4 µm werden gute Leistungen erzielt.

Offensichtlich bewirken die groben Kristallite bei den Nanokomposits eine Art Gefügeverstärkung, die sich positiv auf das Verschleißverhalten des Korns auswirkt, und kompensieren nicht nur die - aufgrund des Kornwachstums - erwartete Leistungsminderung, sondern verhelfen - in Kombination mit den eingelagerten Nano-SiC-Teilchen - dem Schleifkorn sogar zu einer deutlichen Leistungssteigerung.

Anhand der Beispiele in Tabelle 4 ist zu erkennen, dass sich die Produktverbesserung durch die Einlagerung von SiC-Teilchen nicht nur auf Nano-SiC-Pulver beschränkt, sondern auch mit Körnern, die relativ grobe SiC-Einlagerungen aufweisen, hervorragende Schleifleistungen erzielt werden. Eindeutig ist jedoch der Trend, dass die Schleifleistungen um so besser sind, je feiner die eingesetzten SiC-Pulver sind. Aus kommerziellen Gründen und aus Gründen der Verfügbarkeit wurden bei der Herstellung des erfindungsgemäßen Schleifkorns zunächst ausschließlich die in den Beispielen aufgeführten Pulver eingesetzt, die durch Feinstmahlung von technischem SiC, das über das Acheson-Verfahren gewonnen wurden. Man kann jedoch davon ausgehen, dass sich beim Einsatz noch feinerer Pulver der o.g. Trend weiter fortsetzt.

Die SiC-Teilchen beim erfindungsgemäßen Nanokomposit können sowohl intragranular, in den Al_2O_3 -Matrix-Partikeln, als auch intergranular, an den Korngrenzen zwischen den Al_2O_3 -Partikel, angeordnet sein, wobei zu beobachten ist, dass die kleineren Partikel bevorzugt intragranular einbaut sind. Welchen Einfluß die Art der Einlagerung der SiC-

8

Teilchen auf die Schleifleistung hat, ist Gegenstand weitergehender Untersuchungen und kann zur Zeit nur spekulativ betrachtet werden.

5 Einige Theorien werden in den bereits zitierten Veröffentlichungen diskutiert, die sich jedoch wieder ausschließlich auf einzelne Eigenschaften von Kompositmaterialien beziehen und nicht die Auswirkung der Summe der Eigenschaften, die für die
10 Schleifleistung entscheidend ist, berücksichtigen. Allerdings zeigen die Beispiele 14 - 17 eindeutig den Trend, dass mit abnehmender Partikelgröße der Einlagerungen die Schleifleistung ansteigt. Woraus der Schluß gezogen werden kann, dass vor allem in-
15 tragranular eingelagertes SiC für die Verbesserung der Schleifleistung verantwortlich ist.

Durch die Erfindung wird daher ein Nanokomposit-Schleifkorn auf Al_2O_3 -Basis mit überwiegend intragranular eingelagerten SiC-Nanoteilchen geschaffen,
20 das eine Härte ($\text{HV}_{0,2}$) größer 18 GPa aufweist, dessen Dichte über 95 % der theoretischen Dichte liegt und das einen Leistungsfaktor $\text{LF}_{25}^* > 75\%$ besitzt (* = gemessen als Mittelwert aus 20 Einzelmessungen auf dem Werkstoff 100Cr6 ($\text{HRC} = 62$) mit einer
25 Schnittgeschwindigkeit von 30 m/s, einer Zustellung von 20 μm , einer Werkstückgeschwindigkeit von 0,5 mm/s und unter Einsatz einer 3%-igen Emulsion als Kühlmittel).

30 Im folgenden wird die Erfindung beispielhaft erläutert, ohne dass darin eine Einschränkung zu sehen ist.

Beispiele 1- 6Suspension A (Böhm-Sol)

5 10 kg Pseudoböhm-Sol (Disperal, Fa. Condea) werden
unter Einsatz eines Dispergators (Typ Megatron MT
1-90, Fa. Kinematica) in 50 l destilliertem Wasser,
dessen pH-Wert durch Zugabe von ca. 300 ml konz.
Salpetersäure auf 2,4 eingestellt wurde, disper-
giert. Zu der Dispersion werden - ebenfalls unter
10 Einsatz des Dispergators - ca. 300 ml einer 50 %-
igen α - Al_2O_3 -haltigen Keim-Slurry mit einer maxi-
malen Partikelgröße $d_{\text{max}} = 0,4 \mu\text{m}$, die durch Naßver-
mahlung und anschließendes Zentrifugieren eines
15 feinteiligen α - Al_2O_3 -Pulvers (CS400M, Fa. Martins-
werk) gewonnen wurde, zugegeben. Im Sol befinden
sich nach Zugabe der Keim-Slurry ca. 2 Gew.-%
 Al_2O_3 -Kristallisationskeime.

20 Suspension B (SiC-Suspension)

1,5 g einer 50-%igen wässrigen Polyäthylenimin Su-
pension (Fa. Fluka) werden unter starkem Rühren in
600 ml destilliertes Wasser gegeben. Anschließend
25 werden in die verdünnte Suspension 30 g nanoskali-
ges SiC (UF 45, Fa. H.C. Starck) eingebracht.

Die Suspension B wird unter Rühren dem Böhm-Sol
(Suspension A) zugegeben und der pH-Wert der Mi-
schung wird mit Hilfe von Salpetersäure auf 1,8
30 eingestellt. Anschließend wird die Mischung unter
ständigem Rühren auf 95 °C erhitzt und die Gelie-

13

5 rung wird durch tropfenweise Zugabe von weiterer
Salpetersäure eingeleitet. Das Gel wird nach dem
Abkühlen im Trockenschrank bei 85 °C getrocknet.
Das getrocknete Gel wird auf eine Partikelgröße
kleiner 5 mm vorzerkleinert und anschließend bei
ca. 500 °C kalziniert.

10 Bei den Beispielen 1 - 6 wurden lediglich die Sin-
tertemperaturen variiert. In der Tabelle 1 sind die
gemessenen Härtewerte, Leistungsfaktoren und Kri-
stallitgefüge in Abhängigkeit von den Sinterbedin-
gungen aufgeführt.

15

20

25

16

Tabelle 1: Beispiele 1 - 6

	Beispiel	Sinterprogramm*	Härte (HV _{0,2})	Kristallitgröße (d ₅₀)	LF _{25%}
5	1	1300 / N ₂ / 60 / 30	11,3 GPa	< 0,4 µm	23
	2	1350 / N ₂ / 60 / 30	13,3 GPa	< 0,4 µm	29
10	3	1380 / N ₂ / 60 / 30	19,8 GPa	< 0,4 µm	73
	4	1400 / N ₂ / 60 / 30	22,9 GPa	1 µm	85
	5	1450 / N ₂ / 60 / 30	20,7 GPa	5 - 10 µm	83
15	6	1500 / N ₂ / 60 / 30	20,1 GPa	10 - 20 µm	70

* Sinterprogramm =

Sintertemperatur (°C) / Ofenatmosphäre / Aufheizrate (°C/min) / Haltezeit (min)

20

Vergleichsbeispiele 7 - 11 (ohne SiC-Einlagerungen)

10 kg Pseudoböhmit (Disperal, Fa. Condea) werden unter Einsatz eines Dispergators (Typ Megatron MT 1-90, Fa. Kinematica) in 50 l destilliertem Wasser, dessen pH-Wert durch Zugabe von ca. 300 ml konz. Salpetersäure auf 2,4 eingestellt wurde, dispergiert. Zu der Dispersion werden - ebenfalls unter Einsatz des Dispergators - ca. 300 ml einer 50 %-igen α-Al₂O₃ -haltigen Keim-Slurry mit einer maxi-

30

malen Partikelgröße $d_{\max} = 0,4 \mu\text{m}$, die durch Naßver-
mahlung und anschließendes Zentrifugieren eines
feinteiligen $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Pulvers (CS400M, Fa. Martins-
werk) gewonnen wurde, zugegeben. Im Sol befinden
sich nach Zugabe der Keim-Slurry ca. 2 Gew.-%
 Al_2O_3 -Kristallisationskeime.

Der pH-Wert der Mischung wird mit Hilfe von Salpe-
tersäure auf 1,8 eingestellt. Anschließend wird die
Mischung unter ständigem Rühren auf 95 °C erhitzt
und die Gelierung wird durch tropfenweise Zugabe
von weiterer Salpetersäure eingeleitet. Das Gel
wird nach dem Abkühlen im Trockenschrank bei 85 °C
getrocknet. Das getrocknete Gel wird auf eine Par-
tikelgröße kleiner 5 mm vorzerkleinert und an-
schließend bei ca. 500 °C kalziniert.

Auch bei den Vergleichsbeispielen 7 - 11 wurde le-
diglich die Sintertemperatur variiert. Die Tabelle
2 zeigt die gemessenen Härtewerte, Leistungsfakto-
ren und Kristallitgefüge in Abhängigkeit von den
Sinterbedingungen.

2
Tabelle 2: Vergleichsbeispiele 7 - 11

	Beispiel	Sinterprogramm*	Härte (HV _{0,2})	Kristallitgröße (d ₅₀)	LF ₂₅ (%)
5	7	1240 / N ₂ / 60 / 30	19,7 GPa	0,2 - 0,3 µm	75
	8	1300 / N ₂ / 60 / 30	22,4 GPa	1 µm	63
	9	1350 / N ₂ / 60 / 30	23,1 GPa	1 - 5 µm	60
10	10	1400 / N ₂ / 60 / 30	21,6 GPa	3 - 7 µm	49
	11	1450 / N ₂ / 60 / 30	20,6 GPa	5 - 10 µm	40

15 * Sinterprogramm =

Sintertemperatur (°C) / Ofenatmosphäre / Aufheizra-
 te °C/min) / Haltezeit (min)

Beispiel 12

20

Die Herstellung von Beispiel 12 erfolgte analog zu den Beispielen 1 - 6. Es wurden jedoch 75 g nanoskaliges SiC UF45 eingesetzt.

25

Beispiel 13

Die Herstellung erfolgte analog zu Beispiel 12. Statt 75 g wurden 150 g nanoskaliges SiC UF45 ein-

19
 gesetzt. Die Tabelle 3 zeigt die Leistungsfaktoren
 in Abhängigkeit von der SiC-Konzentration.

Tabelle 3: Beispiele 4, 12 und 13

5

	Beispiel	Sinterprogramm	Härte (HV _{0,2})	SiC-Anteil (Mol-%)	LF ₂₅ (%)
10	4	1400/N ₂ /60/30	22,9 GPa	1,0	85
	12	1400/N ₂ /60/30	22,4 GPa	2,5	59
	13	1400/N ₂ /60/30	23,1 GPa	5,0	37

Beispiel 14

15

Die Herstellung von Beispiel 14 erfolgte analog zu
 Beispiel 4. Statt SiC UF45 wurde das etwas gröbere
 SiC UF25 (Fa. H.C. Starck) eingesetzt. Gesintert
 wurde bei einer Temperatur von 1400 °C in Stick-
 20 stoffatmosphäre. Die Aufheizrate betrug 60 °C pro
 Minute und Haltezeit lag bei 30 Minuten.

Beispiel 15

25

Die Herstellung von Beispiel 15 erfolgte analog zu
 Beispiel 14. Statt SiC UF25 wurde das gröbere SiC
 UF15 (Fa. H.C. Starck) eingesetzt.

30

Vergleichsbeispiel 16

Die Herstellung von Beispiel 16 erfolgte analog zu
Beispiel 15. Statt SiC UF15 wurde ein SiC P1000
(Fa. Elektroschmelzwerk Kempten) eingesetzt.

Vergleichsbeispiel 17

Die Herstellung von Beispiel 17 erfolgte analog zu
Beispiel 16. Statt SiC P1000 wurde ein SiC P600
(Fa. Elektroschmelzwerk Kempten) eingesetzt.

Die Tabelle 4 zeigt den Leistungsfaktor der Nano-
komposits in Abhängigkeit von der Partikelgröße des
eingelagerten SiC's

Tabelle 4: Beispiele 4, 15 - 18

Beispiel	SiC	mittlere Partikelgröße d ₅₀	Härte (HV _{0,2})	LF ₂₅ (%)
4	UF45	300 nm	19,7 GPa	85
14	UF25	500 nm	22,4 GPa	82
15	UF15	600 nm	23,1 GPa	77
16	P1000	18 µm	21,6 GPa	73
17	P600	26 µm	23,3 GPa	58

Schleiftests

Zusätzlich zum Ritztest wurden einige ausgewählte Beispiele in Schleifbändern einem Schleiftest unterzogen. Die Ergebnisse der Test sind in der Tabelle 5 zusammengefaßt.

Tabelle 5: Schleiftests (Bandschleifen)

Stahlsorte					
Schleifkorn		Turbinenstahl		Titanlegierung	
		Abtrag (g)	Leistung (%)	Abtrag (g)	Leistung (%)
Beispiel 4	1096	145	127	176	
Beispiel 5	994	131	109	151	
Beispiel 14	1023	135	112	155	
Beispiel 15	843	111	85	118	
Beispiel 7	781	103	68	94	
handelsüblicher	757	100	72	100	
Sol-Gel-Korund					
Schmelzkorund	320	42	23	32	

Ansprüche

32

1. Verfahren zur Herstellung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -
Nanokomposit-Schleifkörnern,

dadurch gekennzeichnet, dass
ein aluminiumoxidhaltiges Sol mit SiC-Nanopartikeln
versetzt, anschließend geliert, getrocknet, kalzi-
niert und gesintert wird.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet, dass
das aluminiumoxidhaltige Sol als Feststoffkomponen-
te feinstdisperses Aluminiumoxidmonohydrat vom Typ
des Boehmits, Aluminiumalkoxide, Aluminiumhalogeni-
de und/oder Aluminiumnitrat enthält.

3. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet, dass
der Zusatz der SiC-Nanoteilchen in einer Menge zw-
ischen 0,1 und < 5 Mol-%, bevorzugt im Bereich 0,3
und 2,5 Mol-%, bezogen auf den Aluminiumgehalt der
Mischung, gerechnet als Al_2O_3 , vorgenommen wird.

4. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprü-
che 1 bis 3,

dadurch gekennzeichnet, dass
vor dem Gelieren Sinteradditive in Form von Kri-
stallisationskeimen, Kristallwachstumsinhibitoren
und/oder anderen modifizierenden Komponenten, die
den Sinterprozeß beeinflussen, zugesetzt werden.

33

5. Verfahren gemäß Anspruch 4,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
als Kristallisationskeim feinteiliges α -
Aluminiumoxid eingesetzt wird.

5

6. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprü-
che 1 bis 5,

10 d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Gelierung der Suspension durch pH-Wert-Erhöhung
oder Erniedrigung, Alterung, Elektrolytzugabe, Tem-
peraturerhöhung und/oder Einengen der Lösung er-
folgt.

15 7. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprü-
che 1 bis 6,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Trocknung des Gels in einem Temperaturbereich
zwischen 50 °C und 120 °C, die Kalzination an-
schließend zwischen 500 °C und 800 °C und die Sin-
20 terung in einem Temperaturbereich zwischen 1300 °C
und 1600 °C durchgeführt wird.

8. Verfahren gemäß Anspruch 7,

25 d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Sinterung in einem Temperaturbereich zwischen
1380 °C und 1500 °C vorgenommen wird.

9. Verfahren gemäß 7,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Sinterung unter Inertbedingungen durchgeführt
wird.

5

10. Verfahren gemäß einem oder mehreren der Ansprü-
che 1 bis 9,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
eine Zerkleinerung zur gewünschten Korngröße vor
oder nach der Sinterung vorgenommen wird.

10

11. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn mit einer
Härte > 16 GPa, einer Dichte > 95 % der Theorie und
einem SiC-Anteil zwischen 0,1 und < 5 Mol-%, bezo-
gen auf die Al_2O_3 -Matrix,

15

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die SiC-Partikel in der Al_2O_3 -Matrix sowohl inter-
als auch intragranular vorliegen und das Schleif-
korn im Einkornritztest einen Leistungsfaktor LF_{25}
 > 75 % aufweist.

20

12. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß An-
spruch 11,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
der SiC-Anteil bevorzugt zwischen 0,3 und $< 2,5$
Mol-%, bezogen auf die Al_2O_3 -Matrix, beträgt.

25

13. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem
der Ansprüche 11 oder 12,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die SiC-Partikel überwiegend intragranular in der
Al₂O₃-Matrix vorliegen.

- 5 14. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem
oder mehreren der Ansprüche 11 bis 13,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Al₂O₃-Kristalle der Matrix mittlere Durchmesser
zwischen 0,2 µm und 20 µm aufweisen.

10

- 15 15. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem
oder mehreren der Ansprüche 11 bis 13,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die Al₂O₃-Matrix submikron aufgebaut ist und eine
mittlere Teilchengröße < 1µm, bevorzugt < 0,5 µm,
aufweist.

15

16. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß An-
spruch 15,

20

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
in der submikronen Al₂O₃-Matrix grobe Al₂O₃-
Kristalle ausgebildet sind.

25

17. Al₂O₃/SiC-Nanokomposit-Schleifkorn gemäß An-
spruch 16,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass
die groben Al₂O₃-Kristalle einen mittleren Durch-
messer > 2 µm, bevorzugt > 5 µm, aufweisen.

36

18. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem der Ansprüche 16 oder 17,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die groben Al_2O_3 -Kristalle eine längliche Form aufweisen.

19. $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkorn gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 16 bis 18,

d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass die groben Al_2O_3 -Kristalle ein Verhältnis Länge zu Breite zwischen 2:1 und 10:1, bevorzugt zwischen 4:1 und 6:1, aufweisen.

20. Verwendung von $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Nanokomposit-Schleifkörnern gemäß einem oder mehreren der Ansprüche 11 - 19 zur Herstellung von Schleifbändern und Schleifscheiben.

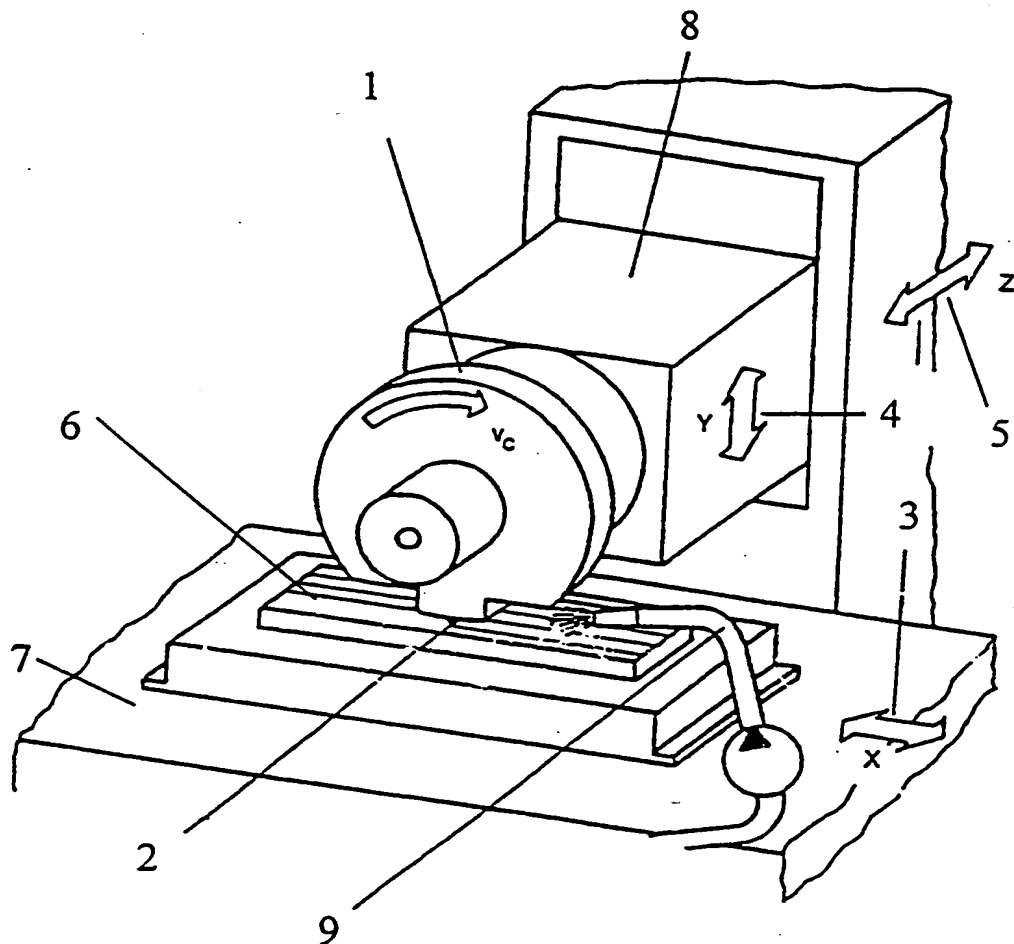
Abbildungen

Abb. 1: Prinzipieller Aufbau des Prüfstandes zum Einkornritzen

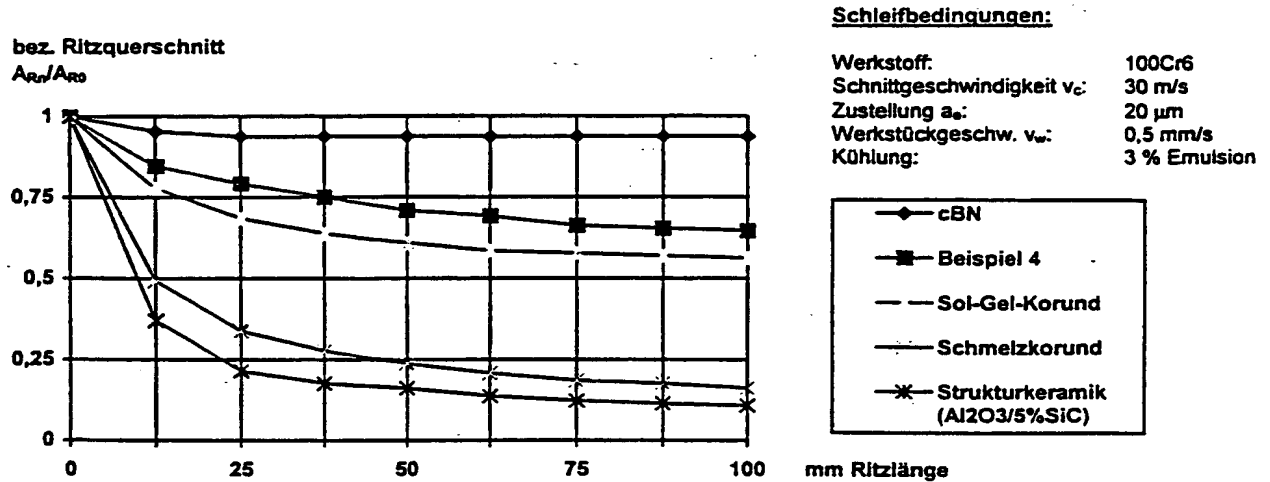


Abb. 2: Verschleißkurven von Al₂O₃/SiC-Nanokomposits im Vergleich zu einigen typischen Schleifkörnungen



Fig. 3

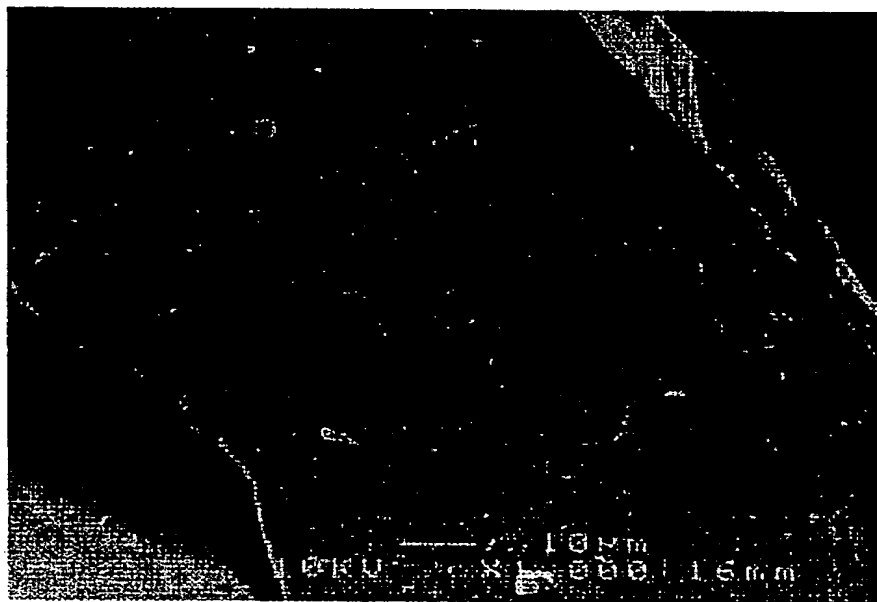


Fig. 4

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie°	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>YUEPING XU ET AL: "CHARACTERISTICS OF AL2O3-SIC NANOCOMPOSITE PREPARED BY SOL-GEL PROCESSING"</p> <p>JOURNAL OF THE CERAMIC SOCIETY OF JAPAN, INTERNATIONAL EDITION, JP, FUJI TECHNOLOGY PRESS, TOKYO,</p> <p>Bd. 102, Nr. 3, 1. März 1994 (1994-03-01),</p> <p>Seiten 310-312, XP000470029</p> <p>ISSN: 0912-9200</p> <p>in der Anmeldung erwähnt</p> <p>Zusammenfassung</p> <p>Seite 310, linke Spalte, Absatz 2 -rechte Spalte, Absatz 1</p> <p>Seite 311, rechte Spalte, Absatz 1 -Seite 312, linke Spalte</p> <p>Abbildungen 3,4</p> <p>---</p>	1-7,9-14
A	<p>EP 0 571 866 A (STARCK H C GMBH CO KG)</p> <p>1. Dezember 1993 (1993-12-01)</p> <p>Ansprüche 1,2,6,9,10</p> <p>Seite 3, Zeile 24 - Zeile 26</p> <p>Seite 4, Zeile 57 - Zeile 58</p> <p>Beispiel 1</p> <p>-----</p>	1-7, 9-15,20

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C04B35/117 C04B35/624 C09K3/14

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C04B C09K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX, INSPEC

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>STERNITZKE M: "Review: Structural Ceramic Nanocomposites"</p> <p>JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY, GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, ESSEX,</p> <p>Bd. 17, Nr. 9, 1997, Seiten 1061-1082, XP004073741</p> <p>ISSN: 0955-2219</p> <p>in der Anmeldung erwähnt</p> <p>Zusammenfassung</p> <p>Seite 1064, linke Spalte, Absatz 2</p> <p>Seite 1065, linke Spalte, Absatz 3 -Seite 1066, rechte Spalte, Absatz 1</p> <p>Abbildung 4B</p> <p>Seite 1079, linke Spalte, Absatz 4</p> <p>---</p> <p>-/--</p>	<p>1-7,</p> <p>9-14,20</p>

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

& Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

11. Januar 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

18/01/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2

NL - 2280 HV Rijswijk

Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,

Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Rosenberger, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No.

EP 00/09230

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0571866 A	01-12-1993	DE 4217721 C	04-11-1993
		AT 143930 T	15-10-1996
		DE 59304078 D	14-11-1996
		ES 2092724 T	01-12-1996
		HU 67396 A,B	28-04-1995
		JP 2972487 B	08-11-1999
		JP 6033040 A	08-02-1994

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>YUEPING XU ET AL: "CHARACTERISTICS OF AL2O3-SIC NANOCOMPOSITE PREPARED BY SOL-GEL PROCESSING" JOURNAL OF THE CERAMIC SOCIETY OF JAPAN, INTERNATIONAL EDITION, JP, FUJI TECHNOLOGY PRESS, TOKYO, vol. 102, no. 3, 1 March 1994 (1994-03-01), pages 310-312, XP000470029 ISSN: 0912-9200 cited in the application abstract page 310, left-hand column, paragraph 2 -right-hand column, paragraph 1 page 311, right-hand column, paragraph 1 -page 312, left-hand column figures 3,4</p>	1-7, 9-14
A	<p>EP 0 571 866 A (STARCK H C GMBH CO KG) 1 December 1993 (1993-12-01) claims 1,2,6,9,10 page 3, line 24 - line 26 page 4, line 57 - line 58 example 1</p>	1-7, 9-15,20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

F EP 00/09230

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C04B35/117 C04B35/624 C09K3/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C04B C09K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX, INSPEC

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>STERNITZKE M: "Review: Structural Ceramic Nanocomposites"</p> <p>JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY, GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, ESSEX,</p> <p>vol. 17, no. 9, 1997, pages 1061-1082, XP004073741</p> <p>ISSN: 0955-2219</p> <p>cited in the application abstract</p> <p>page 1064, left-hand column, paragraph 2</p> <p>page 1065, left-hand column, paragraph 3</p> <p>-page 1066, right-hand column, paragraph 1</p> <p>figure 4B</p> <p>page 1079, left-hand column, paragraph 4</p> <p>---</p> <p>-/--</p>	1-7, 9-14, 20

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- * & * document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 January 2001

Date of mailing of the international search report

18/01/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
 NL - 2280 HV Rijswijk
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Rosenberger, J

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichung... selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

EP 00/09230

Im Recherchenbericht angeführt s Patentd kum nt	Datum d r V röffnunglichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0571866 A	01-12-1993	DE 4217721 C	04-11-1993
		AT 143930 T	15-10-1996
		DE 59304078 D	14-11-1996
		ES 2092724 T	01-12-1996
		HU 67396 A, B	28-04-1995
		JP 2972487 B	08-11-1999
		JP 6033040 A	08-02-1994

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER VORLÄUFIGER PRÜFUNGSBERICHT

(Artikel 36 und Regel 70 PCT)


Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts kou039wo	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übersendung des internationalen vorläufigen Prüfungsberichts (Formblatt PCT/IPEA/416)		
Internationales Aktenzeichen PCT/EP00/09230	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 21/09/2000	Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 22/09/1999	Wessing & Partner Patentanwälte 78048 VS-Villingen
Internationale Patentklassifikation (IPK) oder nationale Klassifikation und IPK C04B35/117		Eing. 17. DEZ. 2001	
Anmelder TREIBACHER SCHLEIFMITTEL GMBH et al.		Frist	WV not. ges.

- Dieser internationale vorläufige Prüfungsbericht wurde von der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 36 übermittelt.
- Dieser BERICHT umfaßt insgesamt 5 Blätter einschließlich dieses Deckblatts.
☒ Außerdem liegen dem Bericht ANLAGEN bei; dabei handelt es sich um Blätter mit Beschreibungen, Ansprüchen und/oder Zeichnungen, die geändert wurden und diesem Bericht zugrunde liegen, und/oder Blätter mit vor dieser Behörde vorgenommenen Berichtigungen (siehe Regel 70.16 und Abschnitt 607 der Verwaltungsrichtlinien zum PCT).

Diese Anlagen umfassen insgesamt 1 Blätter.

3. Dieser Bericht enthält Angaben zu folgenden Punkten:

- I ☒ Grundlage des Berichts
- II ☐ Priorität
- III ☐ Keine Erstellung eines Gutachtens über Neuheit, erfinderische Tätigkeit und gewerbliche Anwendbarkeit
- IV ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung
- V ☒ Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung
- VI ☐ Bestimmte angeführte Unterlagen
- VII ☐ Bestimmte Mängel der internationalen Anmeldung
- VIII ☒ Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Datum der Einreichung des Antrags 15/02/2001	Datum der Fertigstellung dieses Berichts 14.12.2001
Name und Postanschrift der mit der internationalen vorläufigen Prüfung beauftragten Behörde:  Europäisches Patentamt D-80298 München Tel. +49 89 2399 - 0 Tx: 523656 epmu d Fax: +49 89 2399 - 4465	Bevollmächtigter Bediensteter Fortunati, T Tel. Nr. +49 89 2399 8561



I. Grundlage des Berichts

1. Hinsichtlich der **Bestandteile** der internationalen Anmeldung (*Ersatzblätter, die dem Anmeldeamt auf eine Aufforderung nach Artikel 14 hin vorgelegt wurden, gelten im Rahmen dieses Berichts als "ursprünglich eingereicht" und sind ihm nicht beigelegt, weil sie keine Änderungen enthalten (Regeln 70.16 und 70.17)*):
Beschreibung, Seiten:

1-31 ursprüngliche Fassung

Patentansprüche, Nr.:

2-20 ursprüngliche Fassung

1 mit Telefax vom 27/11/2001

Zeichnungen, Nr.:

1-4 ursprüngliche Fassung

2. Hinsichtlich der **Sprache**: Alle vorstehend genannten Bestandteile standen der Behörde in der Sprache, in der die internationale Anmeldung eingereicht worden ist, zur Verfügung oder wurden in dieser eingereicht, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.

Die Bestandteile standen der Behörde in der Sprache: zur Verfügung bzw. wurden in dieser Sprache eingereicht; dabei handelt es sich um

- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen Recherche eingereicht worden ist (nach Regel 23.1(b)).
- ☐ die Veröffentlichungssprache der internationalen Anmeldung (nach Regel 48.3(b)).
- ☐ die Sprache der Übersetzung, die für die Zwecke der internationalen vorläufigen Prüfung eingereicht worden ist (nach Regel 55.2 und/oder 55.3).

3. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale vorläufige Prüfung auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das:

- ☐ in der internationalen Anmeldung in schriftlicher Form enthalten ist.
- ☐ zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.
- ☐ bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.
- ☐ Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.
- ☐ Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfassten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

4. Aufgrund der Änderungen sind folgende Unterlagen fortgefallen:

- ☐ Beschreibung, Seiten:
- ☐ Ansprüche, Nr.:
- ☐ Zeichnungen, Blatt:

5. ☐ Dieser Bericht ist ohne Berücksichtigung (von einigen) der Änderungen erstellt worden, da diese aus den angegebenen Gründen nach Auffassung der Behörde über den Offenbarungsgehalt in der ursprünglich eingereichten Fassung hinausgehen (Regel 70.2(c)).

(Auf Ersatzblätter, die solche Änderungen enthalten, ist unter Punkt 1 hinzuweisen; sie sind diesem Bericht beizufügen).

6. Etwaige zusätzliche Bemerkungen:

V. Begründete Feststellung nach Artikel 35(2) hinsichtlich der Neuheit, der erfinderischen Tätigkeit und der gewerblichen Anwendbarkeit; Unterlagen und Erklärungen zur Stützung dieser Feststellung

1. Feststellung

Neuheit (N)	Ja: Ansprüche	
	Nein: Ansprüche	1
Erfinderische Tätigkeit (ET)	Ja: Ansprüche	
	Nein: Ansprüche	2-20
Gewerbliche Anwendbarkeit (GA)	Ja: Ansprüche	1-20
	Nein: Ansprüche	

2. Unterlagen und Erklärungen
siehe Beiblatt

VIII. Bestimmte Bemerkungen zur internationalen Anmeldung

Zur Klarheit der Patentansprüche, der Beschreibung und der Zeichnungen oder zu der Frage, ob die Ansprüche in vollem Umfang durch die Beschreibung gestützt werden, ist folgendes zu bemerken:
siehe Beiblatt

1) Es wird auf die folgenden Dokumente verwiesen:

- D1: STERNITZKE M: 'Review: Structural Ceramic Nanocomposites' JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY, GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, ESSEX, Bd. 17, Nr. 9, 1997, Seiten 1061-1082, XP004073741 ISSN: 0955-2219 in der Anmeldung erwähnt
- D2: EP-A-0 571 866 (STARCK H C GMBH CO KG) 1. Dezember 1993 (1993-12-01)
- D3: YUEPING XU ET AL: 'CHARACTERISTICS OF AL₂O₃-SiC NANOCOMPOSITE PREPARED BY SOL-GEL PROCESSING' JOURNAL OF THE CER. SOCIETY, JAPAN, INTERNATIONAL EDITION, JP, FUJI Bd. 102, Nr. 3, 1. März 1994 (1994-03-01), Seiten 310-312, XP000470029 ISSN: 0912-9200

2) Was den Punkt VIII angeht:

2.1) Laut Anmelder wird die Härte nach Vickers mit einer Last von 200g gemessen. Der entsprechende Wert sei mit "HV0.2" sowohl in der Beschreibung (S. 23, Zeile 21) als auch in den Tabellen angegeben. Außerdem sei die Methode der Messung des Leistungsfaktors in den Anmeldungsunterlagen detailliert beschrieben (siehe S. 12, Z. 15 bis S. 14, Z. 24 und S. 23, Z. 24 bis 28). Zwar werden diese zwei Anmelders Auffassungen nicht bestritten. Diese zwei Parameter/Begriffe (Härte und Leistungsfaktors) hätten jedoch nicht nur in der Beschreibung, sondern auch im Anspruch 11 besser definiert werden sollen.

2.2) Kaum hat aus folgenden Gründen § und §§ die Hinzunahme des Merkmals "... mit Sinteraditiven" die Formulierung des Anspruchs 1 verbessert:

§ In jedem Sinterverfahren werden Sinteraditiven mit Sol und Partikeln versetzt.

§§ Die Formulierung "Sinteraditiven" ist zu vague. Eine genauere Definition wird erst im abhängigen Anspruch 4 gegeben.

3) Was den Punkt V angeht:

3.1) Der Anmelder ist der Auffassung, dass in D1 die entgültige Verdichtung der Keramik in einem abschliessenden Verfahrensschnitt durch Heisspressen erfolge. Ein derartiger Verfahrensschnitt sei beim Gegenstand des neun Anspruchs 1 nicht vorgesehen. Leider ist der Prüfer nicht derselben Auffassung, da die vorliegende Formulierung des neuen Anspruchs 1 nicht ausschliesst, dass die beanspruchte Sinterung zwischen 1300°C und 1600°C ebenfalls unter Druck durchgeführt wird. Deshalb kann das Heisspressen nicht als

Unterschied zwischen D1 und dem vorliegenden Anspruch 1 anerkannt werden. Solange Anspruch 1 der vorliegenden Anmeldung nicht ausdrücklich und eindeutig ausschliesst, dass das Heisspressen nicht durchgeführt wird, kann man Anspruch 1 von der Lehre von D1 nicht unterscheiden. Aus der vom Anmelder vorgetragenen Analyse des Dokumenten D1 geht nicht hervor, dass weitere Unterschiede zwischen D1 und Anspruch 1 der Anmeldung vorliegen. Deshalb lässt sich der Gegenstand des Anspruchs 1 der Anmeldung vom D1 noch nicht unterscheiden.

- 3.2) Es gelten im Hinblick auf das Dokument D3 die obengenannten Ausführungen unter D1 (siehe Punkt 3.1 oben).
- 3.3) Aus der vom Anmelder vorgetragenen Analyse des Dokumenten D2 geht hervor, dass der einzige Unterschied zwischen Anspruch 1 oder 11 und dem Dokument D2 sei, dass gemäß D2 größere Hartstoffpartikel in die Matrix eingebaut werden als gemäß der Anmeldung. Dieser Unterschied kann aber aus den folgenden zwei Gründen a) und b) nicht anerkannt werden:
- a) Anspruch 1 oder 11 der Anmeldung gibt nicht ausdrücklich an, wie groß die Hartstoffpartikel sind.
- b) Auch wenn Anspruch 1 oder 11 der Anmeldung ausdrücklich angäbe, wie groß die Hartstoffpartikel sind, würde dieser Unterschied aus folgenden Grund b1) als nicht erfinderisch betrachtet:
- b1) Abgesehen davon, wie groß die Hartstoffpartikel sind, offenbart D2 dieselbe Verfahrensschnitte wie in Anspruch 1, um die gewünschte Schleifkörner herzustellen. So ein " Sol-Gel-Sinterung-Verfahren " wird schon in D2 (s. Beispiele und Ansprüche) beschrieben. Wenn ein derartiges Verfahren zur Herstellung von größeren Hartstoffpartikel wie in D2 gebraucht wird, ist es ersichtlich, dass dasselbe Verfahren ebenfalls zur Herstellung von gesinterten Nanopartikeln eingesetzt werden könnte. Anspruch 1 oder 11 wird daher vis à vis D2 als nicht erfinderisch angesehen.
- 3.4) Die abhängigen Ansprüche enthalten fachübliche Merkmale und scheinen keine zusätzlichen Merkmale zu enthalten, die in Kombination mit den Merkmalen irgendeines Anspruchs, auf den sie rückbezogen sind, zu einem auf erfinderischer Tätigkeit beruhenden Gegenstand führen könnten.

Neuer Patentanspruch 1

1. Verfahren zur Herstellung von Al_2O_3 -SiC-Nanokomposit-Schleifkörnern, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, dass ein aluminiumoxidartiges Sol mit Sinteraditiven und mit SiC-Nanopartikeln versetzt, anschließend geliert, getrocknet, kalziniert und gesintert wird, wobei die Sinterung in einem Temperaturbereich zwischen 1300°C und 1600°C durchgeführt wird.

Translation

PATENT COOPERATION TREATY

PCT

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

(PCT Article 36 and Rule 70)

4

Applicant's or agent's file reference kou039wo	FOR FURTHER ACTION See Notification of Transmittal of International Preliminary Examination Report (Form PCT/IPEA/416)	
International application No. PCT/EP00/09230	International filing date (day/month/year) 21 September 2000 (21.09.00)	Priority date (day/month/year) 22 September 1999 (22.09.99)
International Patent Classification (IPC) or national classification and IPC C04B 35/117		
Applicant TREIBACHER SCHLEIFMITTEL GMBH		

1. This international preliminary examination report has been prepared by this International Preliminary Examining Authority and is transmitted to the applicant according to Article 36.

2. This REPORT consists of a total of 5 sheets, including this cover sheet.

☒ This report is also accompanied by ANNEXES, i.e., sheets of the description, claims and/or drawings which have been amended and are the basis for this report and/or sheets containing rectifications made before this Authority (see Rule 70.16 and Section 607 of the Administrative Instructions under the PCT).

These annexes consist of a total of 1 sheets.

3. This report contains indications relating to the following items:

- I ☒ Basis of the report
- II ☐ Priority
- III ☐ Non-establishment of opinion with regard to novelty, inventive step and industrial applicability
- IV ☐ Lack of unity of invention
- V ☒ Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement
- VI ☐ Certain documents cited
- VII ☐ Certain defects in the international application
- VIII ☒ Certain observations on the international application

Date of submission of the demand 15 February 2001 (15.02.01)	Date of completion of this report 14 December 2001 (14.12.2001)
Name and mailing address of the IPEA/EP	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP00/09230

I. Basis of the report

1. With regard to the elements of the international application:*

- ☐ the international application as originally filed
- ☒ the description:
 pages _____ 1-31 _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☒ the claims:
 pages _____ 2-20 _____, as originally filed
 pages _____, as amended (together with any statement under Article 19
 pages _____, filed with the demand
 pages _____ 1 _____, filed with the letter of _____ 27 November 2001 (27.11.2001)
- ☒ the drawings:
 pages _____ 1-4 _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____
- ☐ the sequence listing part of the description:
 pages _____, as originally filed
 pages _____, filed with the demand
 pages _____, filed with the letter of _____

2. With regard to the language, all the elements marked above were available or furnished to this Authority in the language in which the international application was filed, unless otherwise indicated under this item.

These elements were available or furnished to this Authority in the following language _____ which is:

- ☐ the language of a translation furnished for the purposes of international search (under Rule 23.1(b)).
- ☐ the language of publication of the international application (under Rule 48.3(b)).
- ☐ the language of the translation furnished for the purposes of international preliminary examination (under Rule 55.2 and/or 55.3).

3. With regard to any nucleotide and/or amino acid sequence disclosed in the international application, the international preliminary examination was carried out on the basis of the sequence listing:

- ☐ contained in the international application in written form.
- ☐ filed together with the international application in computer readable form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in written form.
- ☐ furnished subsequently to this Authority in computer readable form.
- ☐ The statement that the subsequently furnished written sequence listing does not go beyond the disclosure in the international application as filed has been furnished.
- ☐ The statement that the information recorded in computer readable form is identical to the written sequence listing has been furnished.

4. ☐ The amendments have resulted in the cancellation of:

- ☐ the description, pages _____
- ☐ the claims, Nos. _____
- ☐ the drawings, sheets/fig _____

5. ☐ This report has been established as if (some of) the amendments had not been made, since they have been considered to go beyond the disclosure as filed, as indicated in the Supplemental Box (Rule 70.2(c)).**

* Replacement sheets which have been furnished to the receiving Office in response to an invitation under Article 14 are referred to in this report as "originally filed" and are not annexed to this report since they do not contain amendments (Rule 70.16 and 70.17).

** Any replacement sheet containing such amendments must be referred to under item 1 and annexed to this report.

INTERNATIONAL PRELIMINARY EXAMINATION REPORT

International application No.

PCT/EP 00/09230

V. Reasoned statement under Article 35(2) with regard to novelty, inventive step or industrial applicability; citations and explanations supporting such statement

1. Statement

Novelty (N)	Claims		YES
	Claims	1	NO
Inventive step (IS)	Claims		YES
	Claims	2-20	NO
Industrial applicability (IA)	Claims	1-20	YES
	Claims		NO

2. Citations and explanations

1) Reference is made to the following documents:

- D1: STERNITZKE M: 'Review: Structural Ceramic Nanocomposites' JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY, GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, ESSEX, Vol. 17, No. 9, 1997, pages 1061-1082, XP004073741, ISSN: 0955-2219 cited in the application
- D2: EP-A-0 571 866 (STARCK H C GMBH CO KG)
1 December 1993 (1993-12-01)
- D3: YUEPING XU ET AL: 'CHARACTERISTICS OF AL₂O₃-SiC NANOCOMPOSITE PREPARED BY SOL-GEL PROCESSING' JOURNAL OF THE CER. SOCIETY, JAPAN, INTERNATIONAL EDITION, JP, FUJI, Vol. 102, No. 3, 1 March 1994 (1994-03-01), pages 310-312, XP000470029, ISSN: 0912-9200.

- 2.1) The applicant is of the opinion that in D1 the final compression of the ceramic takes place in a subsequent method step by means of hot-pressing. Such a method step is not provided in the subject matter of the new Claim 1. However, the examiner is not of the same opinion, since the current wording of the new Claim 1 does not exclude the claimed

sintering from being carried out at between 1300°C and 1600°C and under pressure. Consequently, the hot-pressing cannot be regarded as a difference between D1 and the present Claim 1. As long as Claim 1 of the present application does not clearly and expressly exclude hot-pressing from being carried out, Claim 1 cannot be distinguished from the teaching of D1. The analysis of document D1 made by the applicant does not reveal further differences between D1 and Claim 1 of the application. Consequently, the subject matter of Claim 1 of the application cannot be distinguished from D1.

2.2) The above comments relating to D1 also apply in relation to document D3 (see point 2.1 above).

2.3) The analysis of document D2 made by the applicant shows that the only difference between Claims 1 or 11 and document D2 is the fact that according to D2 coarser hard material particles are incorporated into the matrix than in the present application. This difference, however, cannot be acknowledged for the following two reasons, a) and b):

- a) Neither Claim 1 nor Claim 11 of the application expressly indicates the size of the hard material particles.
- b) Even if Claims 1 or 11 of the application were to expressly indicate the size of the hard material particles, this difference would not be considered inventive for the following reason, b1):
 - b1) Irrespective of the size of the hard material

particles, D2 discloses the same method steps as in Claim 1 for producing the desired abrasive grains. Such a sol-gel sintering method is already described in D2 (see the examples and the claims). If such a method is used as in D2 to produce coarser hard material particles, then it is obvious that the same method could also be used to produce sintered nanoparticles. Consequently, Claims 1 or 11 are considered to be non-inventive in relation to D2.

- 2.4) The dependent claims contain conventional measures and do not appear to contain any additional features which, in combination with the features of any claim to which they refer, could yield subject matter involving an inventive step.

VIII. Certain observations on the international application

The following observations on the clarity of the claims, description, and drawings or on the question whether the claims are fully supported by the description, are made:

- 1.1) According to the applicant, hardness is measured using the Vickers method with a load of 200 g. The corresponding value is indicated by "HV0.2" in the description (page 23, line 21) and the tables. In addition, the method for measuring the power factor is described in detail in the application (see page 12, line 15 to page 14, line 24; and page 23, lines 24-28). Although the opinion of the applicant in this regard is not disputed, these two parameters/terms (hardness and power factor) should have been better defined not only in the description, but also in Claim 11.
- 1.2) For the following reasons, § and §§, the addition of the feature "...with sintering additives" improves the wording of Claim 1 very little:
- § sintering additives are added with sol and particles in any sintering method;
- §§ the wording "sintering additives" is too vague. A more precise definition is not provided until dependent Claim 4.

VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT
AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS

PCT

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

(Artikel 18 sowie Regeln 43 und 44 PCT)

Aktenzeichen des Anmelders oder Anwalts kou039wo	WEITERES VORGEHEN siehe Mitteilung über die Übermittlung des internationalen Recherchenberichts (Formblatt PCT/ISA/220) sowie, soweit zutreffend, nachstehender Punkt 5	
Internationales Aktenzeichen PCT/EP 00/09230	Internationales Anmeldedatum (Tag/Monat/Jahr) 21/09/2000	(Frühestes) Prioritätsdatum (Tag/Monat/Jahr) 22/09/1999
Anmelder TREIBACHER SCHLEIFMITTEL GMBH et al.		

Dieser internationale Recherchenbericht wurde von der Internationalen Recherchenbehörde erstellt und wird dem Anmelder gemäß Artikel 18 übermittelt. Eine Kopie wird dem Internationalen Büro übermittelt.

Dieser internationale Recherchenbericht umfaßt insgesamt 3 Blätter.



Darüber hinaus liegt ihm jeweils eine Kopie der in diesem Bericht genannten Unterlagen zum Stand der Technik bei.

1. Grundlage des Berichts

- a. Hinsichtlich der **Sprache** ist die internationale Recherche auf der Grundlage der internationalen Anmeldung in der Sprache durchgeführt worden, in der sie eingereicht wurde, sofern unter diesem Punkt nichts anderes angegeben ist.



Die internationale Recherche ist auf der Grundlage einer bei der Behörde eingereichten Übersetzung der internationalen Anmeldung (Regel 23.1 b)) durchgeführt worden.

- b. Hinsichtlich der in der internationalen Anmeldung offenbarten **Nucleotid- und/oder Aminosäuresequenz** ist die internationale Recherche auf der Grundlage des Sequenzprotokolls durchgeführt worden, das



in der internationalen Anmeldung in Schriftlicher Form enthalten ist.



zusammen mit der internationalen Anmeldung in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in schriftlicher Form eingereicht worden ist.



bei der Behörde nachträglich in computerlesbarer Form eingereicht worden ist.



Die Erklärung, daß das nachträglich eingereichte schriftliche Sequenzprotokoll nicht über den Offenbarungsgehalt der internationalen Anmeldung im Anmeldezeitpunkt hinausgeht, wurde vorgelegt.



Die Erklärung, daß die in computerlesbarer Form erfaßten Informationen dem schriftlichen Sequenzprotokoll entsprechen, wurde vorgelegt.

2. ☐ Bestimmte Ansprüche haben sich als nicht recherchierbar erwiesen (siehe Feld I).

3. ☐ Mangelnde Einheitlichkeit der Erfindung (siehe Feld II).

4. Hinsichtlich der **Bezeichnung der Erfindung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut von der Behörde wie folgt festgesetzt:

5. Hinsichtlich der **Zusammenfassung**



wird der vom Anmelder eingereichte Wortlaut genehmigt.



wurde der Wortlaut nach Regel 38.2b) in der in Feld III angegebenen Fassung von der Behörde festgesetzt. Der Anmelder kann der Behörde innerhalb eines Monats nach dem Datum der Absendung dieses internationalen Recherchenberichts eine Stellungnahme vorlegen.

6. Folgende Abbildung der **Zeichnungen** ist mit der Zusammenfassung zu veröffentlichen: Abb. Nr. _____



wie vom Anmelder vorgeschlagen



weil der Anmelder selbst keine Abbildung vorgeschlagen hat.



weil diese Abbildung die Erfindung besser kennzeichnet.



keine der Abb.

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES
IPK 7 C04B35/117 C04B35/624 C09K3/14

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)
IPK 7 C04B C09K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX, INSPEC

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>STERNITZKE M: "Review: Structural Ceramic Nanocomposites" JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY, GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, ESSEX, Bd. 17, Nr. 9, 1997, Seiten 1061-1082, XP004073741 ISSN: 0955-2219 in der Anmeldung erwähnt Zusammenfassung Seite 1064, linke Spalte, Absatz 2 Seite 1065, linke Spalte, Absatz 3 -Seite 1066, rechte Spalte, Absatz 1 Abbildung 4B Seite 1079, linke Spalte, Absatz 4 --- -/--</p>	<p>1-7, 9-14, 20</p>

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

G Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

11. Januar 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

18/01/2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Rosenberger, J

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH AN GEBRAUCH GEMACHTE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>YUEPING XU ET AL: "CHARACTERISTICS OF AL2O3-SIC NANOCOMPOSITE PREPARED BY SOL-GEL PROCESSING" JOURNAL OF THE CERAMIC SOCIETY OF JAPAN, INTERNATIONAL EDITION, JP, FUJI TECHNOLOGY PRESS, TOKYO, Bd. 102, Nr. 3, 1. März 1994 (1994-03-01), Seiten 310-312, XP000470029 ISSN: 0912-9200 in der Anmeldung erwähnt Zusammenfassung Seite 310, linke Spalte, Absatz 2 -rechte Spalte, Absatz 1 Seite 311, rechte Spalte, Absatz 1 -Seite 312, linke Spalte Abbildungen 3,4</p> <p style="text-align: center;">---</p>	1-7, 9-14
A	<p>EP 0 571 866 A (STARCK H C GMBH CO KG) 1. Dezember 1993 (1993-12-01) Ansprüche 1,2,6,9,10 Seite 3, Zeile 24 - Zeile 26 Seite 4, Zeile 57 - Zeile 58 Beispiel 1</p> <p style="text-align: center;">-----</p>	1-7, 9-15,20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

EP 00/09230

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0571866 A	01-12-1993	DE 4217721 C	04-11-1993
		AT 143930 T	15-10-1996
		DE 59304078 D	14-11-1996
		ES 2092724 T	01-12-1996
		HU 67396 A, B	28-04-1995
		JP 2972487 B	08-11-1999
		JP 6033040 A	08-02-1994
<hr/>			

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 00/09230

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C04B35/117 C04B35/624 C09K3/14

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C04B C09K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX, INSPEC

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>STERNITZKE M: "Review: Structural Ceramic Nanocomposites"</p> <p>JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY, GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, ESSEX,</p> <p>vol. 17, no. 9, 1997, pages 1061-1082, XP004073741</p> <p>ISSN: 0955-2219</p> <p>cited in the application abstract</p> <p>page 1064, left-hand column, paragraph 2</p> <p>page 1065, left-hand column, paragraph 3</p> <p>-page 1066, right-hand column, paragraph 1</p> <p>figure 4B</p> <p>page 1079, left-hand column, paragraph 4</p> <p style="text-align: center;">---</p> <p style="text-align: center;">-/--</p>	<p>1-7,</p> <p>9-14, 20</p>

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- *E* earlier document but published on or after the international filing date
- *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- *&* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 January 2001

Date of mailing of the international search report

18/01/2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Rosenberger, J

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No
PCT/EP 00/09230

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	<p>YUEPING XU ET AL: "CHARACTERISTICS OF AL2O3-SiC NANOCOMPOSITE PREPARED BY SOL-GEL PROCESSING" JOURNAL OF THE CERAMIC SOCIETY OF JAPAN, INTERNATIONAL EDITION, JP, FUJI TECHNOLOGY PRESS, TOKYO, vol. 102, no. 3, 1 March 1994 (1994-03-01), pages 310-312, XP000470029 ISSN: 0912-9200 cited in the application abstract page 310, left-hand column, paragraph 2 -right-hand column, paragraph 1 page 311, right-hand column, paragraph 1 -page 312, left-hand column figures 3,4</p>	1-7,9-14
A	<p>EP 0 571 866 A (STARCK H C GMBH CO KG) 1 December 1993 (1993-12-01) claims 1,2,6,9,10 page 3, line 24 - line 26 page 4, line 57 - line 58 example 1</p>	1-7, 9-15,20

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 00/09230

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 0571866 A	01-12-1993	DE 4217721 C	04-11-1993
		AT 143930 T	15-10-1996
		DE 59304078 D	14-11-1996
		ES 2092724 T	01-12-1996
		HU 67396 A,B	28-04-1995
		JP 2972487 B	08-11-1999
		JP 6033040 A	08-02-1994

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/09230

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C04B35/117 C04B35/624 C09K3/14

Nach der internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C04B C09K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal, WPI Data, PAJ, COMPENDEX, INSPEC

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>STERNITZKE M: "Review: Structural Ceramic Nanocomposites"</p> <p>JOURNAL OF THE EUROPEAN CERAMIC SOCIETY, GB, ELSEVIER SCIENCE PUBLISHERS, BARKING, ESSEX,</p> <p>Bd. 17, Nr. 9, 1997, Seiten 1061-1082, XP004073741</p> <p>ISSN: 0955-2219</p> <p>in der Anmeldung erwähnt</p> <p>Zusammenfassung</p> <p>Seite 1064, linke Spalte, Absatz 2</p> <p>Seite 1065, linke Spalte, Absatz 3 -Seite 1066, rechte Spalte, Absatz 1</p> <p>Abbildung 4B</p> <p>Seite 1079, linke Spalte, Absatz 4</p> <p>---</p> <p>-/--</p>	<p>1-7,</p> <p>9-14,20</p>



Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen



Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

A Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

11. Januar 2001

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

18/01/2001

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Beauftragter

Rosenberger, J

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	<p>YUEPING XU ET AL: "CHARACTERISTICS OF AL2O3-SIC NANOCOMPOSITE PREPARED BY SOL-GEL PROCESSING"</p> <p>JOURNAL OF THE CERAMIC SOCIETY OF JAPAN, INTERNATIONAL EDITION, JP, FUJI TECHNOLOGY PRESS, TOKYO,</p> <p>Bd. 102, Nr. 3, 1. März 1994 (1994-03-01), Seiten 310-312, XP000470029</p> <p>ISSN: 0912-9200</p> <p>in der Anmeldung erwähnt</p> <p>Zusammenfassung</p> <p>Seite 310, linke Spalte, Absatz 2 -rechte Spalte, Absatz 1</p> <p>Seite 311, rechte Spalte, Absatz 1 -Seite 312, linke Spalte</p> <p>Abbildungen 3,4</p>	1-7, 9-14
A	<p>EP 0 571 866 A (STARCK H C GMBH CO KG)</p> <p>1. Dezember 1993 (1993-12-01)</p> <p>Ansprüche 1,2,6,9,10</p> <p>Seite 3, Zeile 24 - Zeile 26</p> <p>Seite 4, Zeile 57 - Zeile 58</p> <p>Beispiel 1</p>	1-7, 9-15,20

INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichung... die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 00/09230

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 0571866 A	01-12-1993	DE 4217721 C	04-11-1993
		AT 143930 T	15-10-1996
		DE 59304078 D	14-11-1996
		ES 2092724 T	01-12-1996
		HU 67396 A,B	28-04-1995
		JP 2972487 B	08-11-1999
		JP 6033040 A	08-02-1994
<hr/>			